

附件 7

《固定污染源废气 氯苯类化合物的测定
气相色谱法（征求意见稿）》
编制说明

《固定污染源废气 氯苯类化合物的测定 气相色谱法》

标准编制组

二〇一八年一月

项目名称：固定污染源废气 氯苯类化合物的测定 气相色谱法

项目统一编号：2014-28

承担单位：浙江省环境监测中心

编制组主要成员：许行义、许亚璐、刘劲松、冯元群、张胜军、

钟光剑、傅 军、庞晓露、王 静、孙晓慧

楼振刚、朱国华、杨寅森

标准所技术管理负责人：郭敏

环境监测司项目负责人：曹勤、赵国华

目 录

1	项目来源.....	1
1.1	任务来源.....	1
1.2	工作过程.....	1
2	标准制修订的必要性分析.....	3
2.1	氯苯类化合物的理化性质与环境危害.....	3
2.2	相关环保标准和环保工作的需要.....	7
2.3	现行环境监测分析方法标准的实施情况和存在问题.....	12
3	国内外相关分析方法研究.....	13
3.1	国外氯苯类化合物分析方法研究.....	13
3.2	国内氯苯类化合物分析方法研究.....	16
3.3	氯苯类化合物分析方法的最新进展.....	18
4	标准修订的基本原则和技术路线.....	19
4.1	标准修订的基本原则.....	19
4.2	标准的主要技术内容.....	19
4.3	标准制修订的技术路线.....	21
5	方法研究报告.....	24
5.1	方法研究的目标.....	24
5.2	标准的适用范围.....	24
5.3	规范性引用文件.....	31
5.4	术语和定义.....	31
5.5	方法原理.....	32
5.6	试剂和材料.....	33
5.7	仪器和设备.....	44
5.8	样品.....	51
5.9	分析步骤.....	59
5.10	结果计算与表示.....	63
5.11	质量保证和质量控制.....	64
5.13	分析方法检出限和测定下限的确定.....	64
5.14	分析方法精密度的确定.....	68
5.15	分析方法准确度的确定.....	73
5.16	实际污染源废气样品氯苯类化合物性能考察.....	77
5.17	实际样品解吸液加标试验.....	81
5.18	小结.....	83
6	方法验证.....	83
6.1	分析验证方案.....	83
6.2	方法验证过程.....	86
6.3	方法验证结论.....	86

7 新旧标准主要修订内容对照.....	87
8 与开题报告的差异说明.....	90
9 参考文献.....	90
附 1 方法验证报告.....	92

《固定污染源废气 氯苯类化合物的测定 气相色谱法》 编制说明

1 项目来源

1.1 任务来源

国家环境保护部下达《关于开展 2014 年度国家环境保护标准项目实施工作的通知》（环办函〔2014〕411 号），将《固定污染源排气 氯苯类的测定 气相色谱法》列为环境保护部国家环境保护标准制修订项目，代替《固定污染源排气中氯苯类的测定 气相色谱法》（HJ/T 39-1999）和《大气固定污染源 氯苯类化合物的测定 气相色谱法》（HJ/T 66-2001），由浙江省环境监测中心承担，项目统一编号为 2014-28。

1.2 工作过程

（1）成立标准编制小组，查询国内外相关文献资料

2014 年 5 月，浙江省环境监测中心接受标准制修订任务后，根据标准编制对专业技术的要求，选择符合专业要求且有标准编制经验的人员成立标准编制组开展工作，小组成员为长期从事环境监测的专业技术人员，具有开展氯苯类化合物及环境有机污染物监测的相关工作经验和完成该项目的能力。

编制组根据《国家环境保护标准制修订工作管理办法》的相关规定，检索、查询和收集了国内外废气中氯苯类化合物测定的研究现状、相关分析方法及其相关的大气质量标准和污染物排放标准。

（2）确定标准修制订技术路线、组织专家开题论证

2015 年 1 月，标准编制组根据文献查阅和实验室方法初步研究情况，初步拟定标准方法制修订的基本原则和技术路线，编写了《固定污染源排气 氯苯类的测定 气相色谱法》开题论证报告和标准方法草案等技术文件，并于 2015 年 3 月在北京通过了由环保部科技标准司标准处组织召开开题论证会。论证委员会听取了标准主编单位所作的标准草案和标准开题论证报告内容介绍，经质询、讨论，形成如下意见：

- 1) 标准主编单位提供的材料齐全，内容较为详实完整，格式较规范；
- 2) 标准主编单位对国内外相关标准及文献进行了较充分调研；
- 3) 本标准适用范围、主要内容及编制标准的技术路线较为合理可行；

论证委员会通过该标准的开题论证，提出以下修改意见和建议：

- 1) 将标准名称更改为《固定污染源废气 氯苯类化合物的测定 气相色谱法》；
- 2) 通过方法研究，确定目标化合物；
- 3) 补充完善国内外氯苯类相关分析方法研究的详细内容和技术指标；
- 4) 明确标准修订的技术内容，细化技术路线和实验方案；
- 5) 根据文献调研和实验，确定样品采集方法（采样装置和吸附剂类型，采样流速和时间）；
- 6) 气相色谱分离条件选择时应考虑其它可能化合物的干扰；
- 7) 根据现有污染源氯苯类化合物排放情况，确定方法验证的样品浓度范围；细化方法验证方案内容，包括代表性样品的选择。

（3）开展方法研究工作

本项目主要研究内容涉及废气样品的采集和前处理方法、色谱分析条件的选择和优化、方法学研究等方面，根据开题论证会专家组意见，确定本次研究适用的废气范围为环境空气、无组织排放废气和有组织污染源排放废气，本次研究的分析方法采用活性炭吸附/溶剂解析-气相色谱氢火焰离子化检测器法，本项目所涉及的氯苯类目标化合物通过进一步的方法研究予以确认。

在标准制修订开题论证会后，编制组修订、细化了开题论证报告，制定了更为具体的技术路线，大气中氯苯类化合物的富集材料除选择在环境监测领域得到更为广泛应用的活性炭吸附管外，保留了原两个标准中所使用的高分子多孔小球型载体 GDX 系列，供实际检测工作选用，随后开展了样品的采集条件和实验室分析条件试验工作。通过进一步的方法研究，并结合浙江省全省约 700 家环境安全监管企业有毒有害化学品生产使用现状和应急处置设施建设情况进行的摸底调查结果，初步确定本次研究涉及的氯苯类目标化合物包含氯苯、2-氯甲苯、3-氯甲苯、4-氯甲苯、1,2-二氯苯、1,3-二氯苯、1,4-二氯苯、1,2,3-三氯苯、1,2,4-三氯苯、1,3,5-三氯苯、1,2,3,4-四氯苯、1,2,3,5-四氯苯、1,2,4,5-四氯苯共 13 种组分。

（4）组织进行方法验证

2015 年 11 月~2016 年 1 月，根据《环境监测分析方法标准制订技术导则》(HJ 168-2010) 的要求，选择了杭州市环境监测中心站、宁波市环境监测中心、绍兴市环境监测中心站、湖州市环境监测中心站、嘉兴市环境保护监测站、杭州市萧山区环境监测站 6 家有资质的实验室进行方法验证。2016 年 2 月，对各实验室反馈的实验数据进行了汇总和统计分析工作，初步编写完成《固定污染源废气 氯苯类化合物的测定 气相色谱法》方法验证报告。

(5) 编写标准征求意见稿和编制说明

2016年3月~2017年3月，根据方法研究结果、实验室方法验证结果，编写《固定污染源废气 氯苯类化合物的测定 气相色谱法》（征求意见稿）和编制说明。

(6) 开展征求意见稿专家函审

2017年8~9月《固定污染源废气 氯苯类化合物的测定 气相色谱法》标准文本和编制说明征求意见稿进行正式征求意见前的专家函审，根据函审专家提出的意见进行修改。

(7) 召开征求意见稿技术审查会

2017年9月13日环境保护部环境监测司在北京召开《固定污染源废气 氯苯类化合物的测定 气相色谱法》征求意见稿技术审查会，审查委员会听取了标准征求意见稿的主要技术内容、编制工作过程的汇报，经质询、讨论，形成如下审议意见：

① 标准主编单位提供的材料齐全、内容完整、格式规范；

② 制订的标准具有科学性、适用性和可操作性，能满足有组织排放废气和无组织排放监控点空气中氯苯类化合物测定的需要；

审查委员会通过该标准的审议，提出的修改意见和建议如下：

a) 标准文本中删除“3 术语和定义”、单点定量法；规范检出限有效数字、试剂和材料、仪器和设备的文字表述；增加采样管吸附解析效率测试方法的资料性附录。

b) 编制说明中增加本标准与原标准修订内容的比对。

c) 按照《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》（HJ 168-2010）和《环境保护标准编制出版技术指南》（HJ 565-2010）对标准文本进行编辑性修改。

按照审查委员会审查意见，标准编制组进行了进一步的修改完善，正式提交《固定污染源废气 氯苯类化合物的测定 气相色谱法》征求意见稿及其编制说明。

2 标准制修订的必要性分析

2.1 氯苯类化合物的理化性质与环境危害

氯苯类化合物是指芳香烃中的苯环上的氢原子被氯原子取代所生成的化合物，根据其分子所含氯原子的数目可分为一氯代苯和多氯代苯，一般包括氯苯、二氯苯、三氯苯、四氯苯、五氯苯和六氯苯，以及氯代甲苯等，它们通常都具有较强的气味，其理化性质稳定，不易分解，在水中溶解度小，可溶于醇、醚、苯等多种有机溶剂，是一类最重要的芳烃卤素衍生物。

(1) 氯苯

英文名Chlorobenzene, CAS号108-90-7, 熔点-45.2℃, 沸点132.2℃, 无色透明液体, 具有不愉快的苦杏仁味, 不溶于水, 溶于乙醇、乙醚、氯仿、二硫化碳、苯等大多数有机溶剂, 是有机合成的重要原料。氯苯易燃, 遇明火、高热或氧化剂接触, 有引起燃烧爆炸的危险。

氯苯对中枢神经系统有抑制和麻醉作用, 对皮肤和粘膜有刺激性。由于其具有很强的挥发作用, 通常在水和土壤中的氯苯会很快挥发到空气中。

(2) 2-氯甲苯

英文名2-Chlorotoluene, CAS号95-49-8, 熔点-35.5℃, 沸点158.8℃, 无色液体, 不溶于水, 可混溶于大多数有机溶剂, 主要用作制造农药、医药、染料及过氧化物的中间体和溶剂。遇高热、明火或与氧化剂接触, 有引起燃烧的危险, 若遇高热, 容器内压增大, 有开裂和爆炸的危险。

2-氯甲苯吸入、摄入或经皮肤吸收对身体可能有害, 可能有刺激症状。

(3) 3-氯甲苯

英文名3-Chlorotoluene, CAS号108-41-8, 熔点-48.7℃, 沸点161.2℃, 不溶于水, 溶于乙醇、苯、氯仿, 易溶于乙醚等, 用于制造农药、医药、染料及氧化物的中间体和溶剂。遇高热、明火或与氧化剂接触, 有引起燃烧的危险。若遇高热, 容器内压增大, 有开裂和爆炸的危险。

3-氯甲苯吸入、摄入或经皮肤吸收对身体可能有害, 可能有刺激症状。

(4) 4-氯甲苯

英文名4-Chlorotoluene, CAS号106-43-4, 熔点7.5℃, 沸点161.5℃, 无色液体, 有特殊气味, 不溶于水, 溶于乙醇、氯仿、乙酸, 可混溶于乙醚, 用于有机合成, 染料中间体的制备, 用作溶剂。易燃, 遇明火有引起燃烧爆炸的危险。与氧化剂接触会猛烈反应。

4-氯甲苯经吸入、口服或经皮肤吸收对身体有害, 其蒸气或雾对眼睛、皮肤、粘膜和呼吸道有刺激性。

(5) 1,2-二氯苯

英文名1,2-Dichlorobenzene, CAS号95-50-1, 熔点-17.5℃, 沸点180.4℃, 无色易挥发重质液体, 有芳香气味, 不溶于水, 溶于醇、醚等大多数有机溶剂, 广泛用作有机物和有色金属氧化物的溶剂、防腐剂, 也可作杀虫剂。遇明火、高热可燃, 与强氧化剂可发生反应。

1,2-二氯苯吸入后, 出现呼吸道刺激、头痛、头晕、焦虑、麻醉作用, 以致意识不清。液体及高浓度蒸气对眼有刺激性, 可经皮肤吸收引起中毒, 表现类似吸入, 长期吸入引起肝肾损害, 皮肤长期反复接触, 可致皮肤损害。可对水体环境和大气环境造成污染, 在对人类

重要食物链中，特别是在水生生物中可发生生物蓄积。

(6) 1,3-二氯苯

英文名1,3-Dichlorobenzene, CAS号541-73-1, 熔点-24.8℃, 沸点173℃, 无色液体, 有刺激性气味, 不溶于水, 溶于醇、醚等大多数有机溶剂, 广泛用于染料制造, 用作有机合成中间体、溶剂。遇明火、高热可燃, 与强氧化剂可发生反应。

1,3-二氯苯吸入后引起头痛、倦睡、不安和呼吸道粘膜刺激, 对眼和皮肤有强烈刺激性, 口服出现胃粘膜刺激、恶心、呕吐、腹泻、腹绞痛和紫绀, 慢性影响为可能引起肝肾损害。可对水体环境和大气环境造成污染, 在对人类重要食物链中, 特别是在水生生物中可发生生物蓄积。

(7) 1,4-二氯苯

英文名1,4-Dichlorobenzene, CAS号106-46-7, 熔点53.1℃, 沸点173.4℃, 不溶于水, 溶于乙醇、乙醚、苯等大多数有机溶剂, 主要用于有机合成, 用作杀虫剂、防腐剂、分析试剂等。可燃, 遇明火能燃烧, 受高热分解产生有毒的腐蚀性烟气, 与强氧化剂接触可发生化学反应。

1,4-二氯苯对眼和上呼吸道有刺激性。对中枢神经有抑制作用, 致肝、肾损害。人在接触高浓度时, 可表现虚弱、眩晕、呕吐。严重时损害肝脏, 出现黄疸, 肝损害可发展为肝坏死或肝硬化。长时间抵触本品对皮肤有轻微刺激, 引起烧灼感。可对水体环境和大气环境造成污染, 在对人类重要食物链中, 特别是在水生生物中可发生生物蓄积。

(8) 1,2,4-三氯苯

英文名1,2,4-Trichlorobenzene, CAS号120-82-1, 熔点17.2℃, 沸点221℃, 不溶于水, 微溶于乙醇, 溶于乙醚。用作高熔点物质重结晶用溶剂、电器设备冷却剂、润滑油添加剂、脱脂剂、油溶性染料溶剂、白蚁驱除剂等, 也用作制造2, 5-二氯苯酚的原料。工业品为各种异构体(1,2,3-, 1,2,4-, 1,2,5-三氯苯)的混合物。遇明火、高热可燃。与强氧化剂可发生反应, 受高热分解产生有毒的腐蚀性气体。

1,2,4-三氯苯对眼、上呼吸道、粘膜、皮肤有刺激作用。慢性接触的工人出现头痛、恶心、上腹和心前区痛, 部分工人肝大, 有上呼吸道及眼结膜刺激症状。

(9) 1,3,5-三氯苯

英文名1,3,5-Trichlorobenzene, CAS号108-70-3, 熔点63.4℃, 沸点208.5℃, 白色结晶, 有特殊气味, 不溶于水, 微溶于醇, 易溶于乙醚、苯等。用于有机合成、杀虫剂及染料合成。遇明火、高热可燃, 与强氧化剂可发生反应, 受高热分解产生有毒的腐蚀性气体。

1,3,5-三氯苯有刺激性, 可引起结膜炎、鼻炎。对中枢神经系统有抑制作用。可能引起

肝肾损害。皮肤长时间接触，可致灼伤。

(10) 1,2,3-三氯苯

英文名1,2,3-Trichlorobenzene, CAS号87-61-6, 熔点53.5℃, 沸点218.5℃, 常温下为板状结晶, 不溶于水, 微溶于乙醇, 易溶于乙醚、苯、石油醚、二硫化碳、卤代烃等有机溶剂。用作溶剂、医药中间体, 用于制农药、染料、变压器油、电解液、润滑油和传热介质, 以及用于有机合成。遇明火可燃, 燃烧释放有毒氯化物烟雾。

1,2,3-三氯苯刺激眼睛和呼吸道, 引起咳嗽, 咽喉疼痛, 眼睛发红。

(11) 1,2,3,5-四氯苯

英文名1,2,3,5-Tetrachlorobenzene, CAS号634-90-2, 熔点51℃, 沸点246℃, 不溶于水, 无色结晶, 溶于苯、二硫化碳等, 用于有机合成。遇明火能燃烧, 受高热分解产生有毒的腐蚀性烟气, 与强氧化剂接触可发生化学反应。

1,2,3,5-四氯苯对眼、上呼吸道、皮肤、粘膜有刺激性。兔吸入本品粉尘, 引起红细胞、血红蛋白降低, 淋巴细胞增高。重复涂皮引起局部变红, 且有全身毒作用。

(12) 1,2,3,4-四氯苯

英文名1,2,3,4-Tetrachlorobenzene, CAS号634-66-2, 熔点46.6℃, 沸点254.9℃, 不溶于水, 微溶于醇, 易溶于醚, 常用于有机合成, 用作绝缘液及变压器油的凝固抑制剂。可燃, 遇明火能燃烧, 受高热分解产生有毒的氯化物气体, 与强氧化剂接触可发生化学反应。

1,2,3,4-四氯苯对眼、上呼吸道、皮肤、粘膜有刺激性。兔吸入本品粉尘引起红细胞、血红蛋白降低, 淋巴细胞增高, 重复涂皮引起局部变红, 且有全身毒作用。

(13) 1,2,4,5-四氯苯

英文名1,2,4,5-Tetrachlorobenzene, CAS号95-94-3, 熔点138℃, 沸点245℃, 溶于苯, 用作有机合成中间体。遇明火、高热可燃。与强氧化剂可发生反应。受高热分解产生有毒的腐蚀性气体。

1,2,4,5-四氯苯对粘膜、上呼吸道、眼睛和皮肤的刺激性。

氯苯类化合物及其衍生物是化工、医药、制革、电子等行业广泛使用的化工原料、有机合成中间体和有机溶剂(详见本编制说明《表10 浙江省化工类企业涉氯苯类化合物使用情况调查》), 是一类疏水及持久性有机污染物, 普遍存在于环境中。无论是存在于水、空气、污泥中, 还是水生生物体内都有不同程度的毒性、生物累积性和持久性, 对环境具有潜在危害, 鉴于其容易在含脂肪丰富的组织中蓄积, 且大多具有致癌、致畸、致突变性的特点, 而

被很多国家列入环境优先控制污染物，例氯苯、氯甲苯、1,4-二氯苯、1,2,4-三氯苯等被美国环境保护署列为空气中重点控制的190种有害污染物名单，我国环境优先污染物黑名单的68种优先污染物也包括了氯苯、1,2-二氯苯、1,4-二氯苯等氯苯类化合物，其它一些国家或地区、国际组织均将其列入优先监测的污染物名单，也规定了环境质量标准或排放标准限值。

2.2 相关环保标准和环保工作的需要

2.2.1 我国污染源废气有机物排放监测现状

氯苯类化合物是一种常见的挥发性废气有机污染物（VOCs），根据中国环境监测总站监督性监测数据，2016年全国各省、市、自治区对3091家废气国控企业的挥发性有机物（VOCs）排放开展监督性监测，项目涉及苯、甲苯、二甲苯、苯系物、丙烯腈、丙烯醛、非甲烷总烃、甲醇、甲硫醇、甲醛、氯苯类、氯乙烯、2-丁酮、乙醛等50多项。主要行业废气有组织排放VOCs等项目监测情况见表1，主要地区废气有组织排放VOCs等项目监测情况见表2。由此可见，我国针对废气有机污染物的监控工作面广量大，既有特征因子，又有综合指标，任务十分繁重。

表1 主要行业废气有组织排放VOCs等项目监测情况

序号	行业名称	监测企业数量（家）
1	电力、热力的生产和供应业	660
2	非金属矿物制品业	452
3	金属制品业	399
4	有色金属冶炼及压延加工业	332
5	化学原料及化学制品制造业	274
6	电气机械及器材制造业	208
7	黑色金属冶炼及压延加工业	136
8	通信设备、计算机及其他电子设备制造业	117
9	石油加工、炼焦及核燃料加工业	98
10	废弃资源和废旧材料回收加工业	97
11	环境管理业	92
12	交通运输设备制造业	47
13	医药制造业	34
14	有色金属矿采选业	30
15	造纸及纸制品业	30
16	专用设备制造业	20
17	家具制造业	12
18	通用设备制造业	12
19	农副食品加工业	11
20	纺织业	10
21	化学纤维制造业	10
22	印刷业和记录媒介的复制	10

表 2 主要地区废气有组织排放 VOCs 等项目监测情况

序号	地区	监测企业数量（家）
1	广东省	565
2	浙江省	318
3	江苏省	266
4	山西省	185
5	河北省	178
6	四川省	147
7	安徽省	117
8	重庆市	117
9	山东省	109
10	内蒙古自治区	107
11	江西省	106
12	云南省	99
13	福建省	89
14	湖南省	85
15	广西壮族自治区	74
16	河南省	68
17	吉林省	67
18	陕西省	64
19	甘肃省	58
20	湖北省	50
21	天津市	48
22	青海省	41
23	宁夏回族自治区	39
24	辽宁省	37
25	贵州省	36
26	新疆维吾尔自治区	31
27	黑龙江省	23
28	上海市	23
29	海南省	15
30	北京市	7

2.2.2 氯苯类化合物环境管理的需要

根据编制组搜集到的资料，氯苯类化合物作为一种具有局地污染源排放特点的有毒有害物质不具有普遍性，一般不作为环境空气质量标准中的指标，我国也未将其列入环境空气质量指标中，《环境空气质量标准》(GB 3095-1996)和《室内空气质量标准》(GB/T 18883-2002)均无氯苯类化合物的具体限值要求。《工业企业设计卫生标准》(TJ 36-79)表 1 居住区大气中有害物质最高容许浓度中，氯苯类化合物的也无具体限值要求，表 4 车间空气中有害物质

最高容许浓度中涉及了氯苯、苯的硝基氯化物等。

目前我国针对污染源废气发布的相关排放（控制）标准及监测标准方法不够完善，编制组对现行的各类环境质量和污染物排放标准进行了查阅，涉及大气中氯苯类化合物的相关环保排放（控制）标准主要有《大气污染物综合排放标准》（GB 16297-1996）、《工作场所有害因素职业接触限值》（GBZ 2.1-2007），《石油化学工业污染物排放标准》（GB 31571-2015）、《合成树脂工业污染物排放标准》（GB 31572-2015）等，以及北京市《大气污染物排放标准》（DB 11/501-2007）、上海市《大气污染物排放标准》（DB 31/933-2015）、浙江省《生物制药工业污染物排放标准》（DB 33/923 -2014）等地方标准。此外，也有《合成革与人造革工业污染物排放标准》（GB 21902-2008）、《橡胶制品工业污染物排放标准》（GB 29632-2011）、《电池工业污染物排放标准》（GB 30484-2016）、《石油炼制工业污染物排放标准》（GB 31570-2015）等排放标准中均以非甲烷总烃或总挥发性有机物 VOCs 等综合指标列出。

部分国家或地方标准限值见表 3、表 4，详细内容见有关标准。

表3 涉氯苯类化合物环境管理要求（国家标准）

序号	标准名称	环境管理要求			
		固定污染源有组织废气（氯苯类）		固定污染源有组织废气（氯苯类）	
1	《大气污染物综合排放标准》 (GB 16297-1996)	最高允许排放浓度 60mg/m ³ ，最高允许排放速率 0.52kg/h（15m，二级）；0.78kg/h（15m，三级）（新污染源）		无组织排放监控浓度限值 0.40 mg/m ³ （新污染源）	
2	《石油化学工业污染物排放标准》 (GB 31571-2015)	废气有机特征污染物：氯苯类 50 mg/m ³ ，		/	
3	《合成树脂工业污染物排放标准》 (GB 31572-2015)	大气污染物排放限值：50 mg/m ³ （适合的合成树脂类型：聚碳酸酯树脂、聚苯硫醚树脂）、20 mg/m ³ （特别排放限值）		/	
4	《工作场所有害因素职业接触限值》 (GBZ 2.1-2007)	职业接触限值 OELs (mg/m ³)	MAC	PC-TWA	PC-STEL
		氯苯	-	50	
		对二氯苯	-	30	60
		邻二氯苯	-	50	100
5	《工业企业设计卫生标准》 (TJ 36-1979)	车间卫生 最高容许浓度(mg/m ³)	硝基氯苯	氯苯	
			1	50	

表 4 涉及氯苯类化合物环境管理要求（地方标准）

序号	标准名称	环境管理要求	
		固定污染源有组织废气（氯苯类）	固定污染源有组织废气（氯苯类）
1	北京市《大气污染物综合排放标准》 (DB 11/501-2007)	最高允许排放浓度 60 mg/m ³ （I 时段）、40 mg/m ³ （II 时段）， 最高允许排放速率 0.36kg/h（15m）	无组织排放监控点浓度限值 0.10 mg/m ³
2	北京市《炼油与石油化学工业大气污染物 排放标准》(DB 11/447-2015)	特殊工艺排气大气污染物排放浓度限值：50mg/m ³ （其它气态有 机污染物 B 类物质）（I、II 时段）	/
3	上海市《大气污染物排放标准》 (DB 31/933-2015)	氯苯类（氯苯、二氯苯、三氯苯加和）： 最高允许排放浓度 20mg/m ³ ，最高允许排放速率 0.36kg/h（15m）	厂界无组织排放浓度限值： 0.10mg/m ³
4	上海市《生物制药行业污染物排放标准》 DB 31/373-2010	①发酵类制药企业或生产设施：最高允许排放浓度 50 mg/m ³ ， 最高允许排放速率 0.52kg/h（15m）； ②生物医药研发机构：最高 允许排放浓度 50 mg/m ³ ，最高允许排放速率 0.52kg/h（≥15m）。	无组织排放监控限值： ①0.40 mg/m ³ ②0.40 mg/m ³
5	重庆市《大气污染物排放标准》 (DB 50/418-2016)	最高允许排放浓度 60 mg/m ³ ，最高允许排放速率 0.52kg/h（15m）	无组织排放监控点浓度限值： 0.4 mg/m ³
6	广东省《大气污染物排放限值》 (DB 44/27-2001)	最高允许排放浓度 60mg/m ³ ，最高允许排放速率： 0.52kg/h （15m，二级），0.78kg/h（15m，三级）（第一时段）； 最高允许排放浓度 60mg/m ³ ，最高允许排放速率：0.47kg/h（15m， 二级），0.64kg/h（15m，三级）（第二时段）	无组织排放监控浓度限值： 0.50 mg/m ³ （第一时段）， 0.40 mg/m ³ （第二时段）
7	浙江省《生物制药工业污染物排放标准》 DB 33/923-2014	最高允许排放浓度 60 mg/m ³ （发酵类）	无组织排放监控限值： 0.40 mg/m ³
8	浙江省《化学合成类制药工业大气污染物 排放标准》DB 33/2015-2014	苯基氯（A 类物质）排放限值 2.0 mg/m ³ ，对二氯苯（B 类物质） 排放限值 20 mg/m ³	厂界大气污染物排放排放限值： TWA ² /50 mg/m ³ （A 类、B 类）
9	江苏省《化学工业挥发性有机物排放标准》 DB 32/3151-2016	最高允许排放浓度 20 mg/m ³ ，最高允许排放速率 0.36kg/h（15m）	厂界监控点浓度限值： 0.20 mg/m ³

2.3 现行环境监测分析方法标准的实施情况和存在问题

我国现有的环境保护标准监测方法体系中,针对或涉及废气中氯苯类化合物的分析方法标准有6个,分别是《固定污染源废气中氯苯类的测定 气相色谱法》(HJ/T 39-1999)(2000年1月1日实施)、《大气固定污染源 氯苯类化合物的测定 气相色谱法》(HJ/T 66-2001)(2001年11月1日实施)、《环境空气 挥发性有机物的测定 吸附管采样-热脱附/气相色谱-质谱法》(HJ 644-2013)、《环境空气 挥发性有机物的测定 罐采样/气相色谱-质谱法》(HJ 759-2015)国家环境保护总局发布的《空气和废气监测分析方法》(第四版增补版)(2007年)和国家职业卫生标准《工作场所空气有毒物质测定 卤代芳香烃类化合物》(GBZ/T 160.47-2004)2004年12月1日实施)等。

《固定污染源废气中氯苯类的测定 气相色谱法》(HJ/T 39-1999)采用内装二乙烯苯和乙基苯乙烯共聚物类高分子多孔小球型载体富集柱采集样品,以乙醇解吸,解吸液以DB-1701或DB-1毛细管色谱柱分离,气相色谱氢火焰离子化检测器检测。该标准适合于固定污染源有组织排放和无组织排放废气中氯苯类化合物的测定,其不足之处是所选用高分子多孔小球型载体吸附剂基质组成复杂预处理过程繁琐、材料成本昂贵且商品化程度不高,适用的目标组分只有氯苯、1,4-二氯苯、1,2,4-三氯苯3种。

《大气固定污染源 氯苯类化合物的测定 气相色谱法》(HJ/T66-2001)采用GDX-502(二乙烯苯、含氮极性单体共聚物)采集样品,以二硫化碳溶剂解吸,SE-30填充色谱柱分离,气相色谱氢火焰离子化检测器检测。该标准同样存在所用GDX-502吸附剂基质组成复杂预处理过程繁琐、材料成本昂贵且商品化程度不高,以及填充柱分离效能较低难以分析复杂样品的问题,测定化合物也仅限于氯苯、1,4-二氯苯、1,2,4-三氯苯3种组分,导致其实用性不够。国家环境保护总局发布的《空气和废气监测分析方法》(第四版增补版)(2007年)也基本上引用了该标准的样品采集和检测方法。

《环境空气 挥发性有机物的测定 吸附管采样-热脱附/气相色谱-质谱法》(HJ 644-2013)采用固体吸附剂(内填Carbopack C、Carbopack B和carboxen 1000组成)富集环境空气中挥发性有机物,将吸附管置于热脱附仪中,经气相色谱分离后,用质谱进行检测,该方法采用了热脱附装置解析配以质谱仪检测,所用仪器设备较昂贵,一般环境监测实验室尚不具备相应检测能力,其测定组分包括氯苯、二氯苯等34种挥发性有机物。

《环境空气 挥发性有机物的测定 罐采样/气相色谱-质谱法》(HJ 759-2015),选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，适用于环境空气中包括氯苯、1,4-二氯苯、1,2,4-三氯苯、1,2-二氯苯、1,3-二氯苯等氯苯类化合物在内的67种挥发性有机物的测定。该方法除需配备气相色谱-质谱联用仪外，还需配置气体冷阱浓缩仪、浓缩仪自动进样器、罐清洗装置、气体稀释装置、采样罐、液氮罐等诸多设备，操作复杂，对检测人员的技术水平要求较高，介于我国国情，尚不具备普及实用性。

此外，《工作场所空气有毒物质测定 卤代芳香烃类化合物》(GBZ/T 160.47-2004) 主要适用于工作场所空气中卤代芳香烃类化合物测定，该标准采用活性炭采集空气中的氯苯、二氯苯(包括对-二氯苯、邻-二氯苯和间-二氯苯)、1,2,4-三氯苯、溴苯、对氯甲苯和苄基氯等组分，采样管以二硫化碳解吸后进气相色谱仪，经FFAP填充色谱柱分离，氢焰离子化检测器检测，以保留时间定性，峰高或峰面积定量。

在以上针对或涉及废气中氯苯类化合物的6个标准分析方法中，HJ/T 39-1999、HJ/T 66-2001标准方法已发布多年，在实际环境监测工作中存在所选用采样富集材料成本高且杂质多导致前处理过程繁琐、分析技术滞后、测定目标化合物过少(只限于氯苯、1,4-二氯苯、1,2,4-三氯苯3种)、方法检出限已难以满足现行环境评价标准要求的弊端，与目前的环境监测发展现状不相适应、亟待完善。HJ 644-2013、HJ 759-2015除选用质谱作为检测器外，还需热脱附装置、冷阱浓缩仪、罐采样进样清洗系统等设备，装备昂贵不便于普及。

本标准的制修订是对HJ/T 39-1999、HJ/T 66-2001这两个国家环境保护分析方法标准的整合修订。由于在选定的气相色谱分析条件下，样品中的2-氯甲苯、3-氯甲苯、4-氯甲苯、1,2-二氯苯、1,3-二氯苯、1,2,3-三氯苯、1,3,5-三氯苯、1,2,3,4-四氯苯、1,2,3,5-四氯苯、1,2,4,5-四氯苯均不干扰氯苯、1,4-二氯苯、1,2,4-三氯苯的测定，所以增加被测组分数可以提高该标准的实用性，以满足环境管理的需求。

3 国内外相关分析方法研究

3.1 国外氯苯类化合物分析方法研究

目前，以美国环保署EPA方法为代表，国外对于大气中氯苯类化合物的测定没有单独的检测标准方法，氯苯类化合物的测定基本都包含在挥发性有机物的测定方法中。一些发达国家和地区，如美国、日本、欧盟都已经建立了较为成熟的大气中挥发性有机物的分析方法。表5是部分大气中挥发性有机物测定方法的简单介绍。

表5 氯苯类化合物测定相关国际标准

发布机构和标准名称	标准全名及中文参考译名	适用范围、方法原理	方法特性
国际标准化组织 (ISO) ISO 9487-1991	Workplace air –Determination of vaporous aromatic hydrocarbons- Charcoal tube/solvent desorption/gas chromatographic method; 活性炭吸附/溶剂解吸/气相色谱法测定工作场所空气中挥发性芳香烃	适用于工作场所空气挥发性芳香烃。 采用活性炭采样、二硫化碳解吸,气相色谱法测定。	目标化合物为苯、甲苯、乙苯、二甲苯、苯乙烯等15种,未涉及氯苯类化合物,采用了填充柱的分析方法。
美国环保署 (EPA) method TO-1	Method for the Determination of Volatile Organic Compounds in Ambient Air Using Tenax Adsorption and Gas Chromatography/Mass Spectrometer (GC/MS); 利用Tenax吸附/气相色谱-质谱法测定环境空气中挥发性有机物	适用于环境空气中非极性挥发性有机物的测定。 采用Tenax 采样、热脱附解析技术,气相色谱/质谱法测定空气中的挥发性有机物。	测定环境空气中沸点范围80℃~200℃的芳香烃、氯代烃、氯苯等19种大气中非极性挥发性有机物。
美国环保署 (EPA) method TO-2	Method for the Determination of Volatile Organic Compounds in Ambient Air By Carbon Molecular Sieve Adsorption and Gas Chromatography /Mass Spectrometer(GC/MS); 碳分子筛吸附/气相色谱-质谱法测定环境空气中挥发性有机物	适用于环境空气中挥发性有机物的测定。 采用碳分子筛吸附采样、热脱附解析技术,气相色谱质谱法测定环境空气中挥发性有机物。	主要采集含碳数少、挥发性强,沸点范围-15℃~120℃的挥发性有机物,例氯乙烯、苯、甲苯等。
美国环保署 (EPA) method TO-3	Method for the Determination of Volatile Organic Compounds in Ambient Air Using Cryogenic Preconcentration Techniques and Gas Chromatography with Flame Ionization and Electron Capture Detection; 利用低温预浓缩技术/气相色谱火焰离子化和电子捕获检测法测定环境空气中挥发性有机化合物	适用于环境空气中挥发性有机物的测定。 采用低温预浓缩技术/气相色谱火焰离子化和电子捕获检测法测定环境空气中挥发性有机物。	该方法利用低温预浓缩技术和气相色谱FID、ECD检测器测定大气中挥发性有机物,氯苯检出限小于5ng,相对标准偏差小于5%。

续表

发布机构和标准名称	标准全名及中文参考译名	适用范围、方法原理	方法特性
美国环保署 (EPA) method TO-14A	<p>Determination Of Volatile Organic Compounds (VOCs) In Ambient Air Using Specially Prepared Canisters With Subsequent Analysis By Gas Chromatography;</p> <p>苏玛罐预浓缩/气相色谱法测定环境空气中挥发性有机物</p>	<p>适用于环境空气中挥发性有机物的测定。采用了特制罐采样技术,通过低温预浓缩系统处理之后,选用气相色谱氮磷检测器 (NPD)、氢离子火焰检测器 (FID)、电子捕获检测器 (ECD) 或光离子化检测器 (PID) 检测,测定40种大气中挥发性有机物。</p>	<p>测定目标化合物包括氯苯、氯甲苯、1,2-二氯苯、1,3-二氯苯、1,4-二氯苯、1,2,4-三氯苯等在内的40种大气中挥发性有机物,各组分的检出限<0.2ppbv。缺点是分析仪器成本过于昂贵,介于我国国情,不具有普及应用性。</p>
美国环保署 (EPA) method TO-15	<p>Determination of Volatile Organic Compounds (VOCs) In Air Collected In Specially-Prepared Canisters And Analyzed By Gas Chromatography/Mass Spectrometry (GC/MS);</p> <p>苏玛罐预浓缩/气相色谱-质谱法测定环境空气中挥发性有机物</p>	<p>适用于环境空气中挥发性有机物的测定。采用了SUMMA罐采样,低温预浓缩技术,气相色谱-质谱法测定包括氯苯、1,4-二氯苯等在内的共97种大气中的挥发性有机物。</p>	<p>测定目标化合物包括氯苯、1,2-二氯苯、1,3-二氯苯、1,4-二氯苯、1,2,4-三氯苯等在内的97种大气中挥发性有机物。缺点是分析仪器成本过于昂贵,介于我国国情,不具有普及应用性。</p>
美国环保署 (EPA) method TO-17	<p>Determination of Volatile Organic Compounds in Ambient Air Using Active Sampling Onto Sorbent Tubes</p> <p>固体吸附/热脱附法测定环境空气中挥发性有机物</p>	<p>该方法采用固体填料吸附管采样,气相色谱/质谱法测定挥发性有机物,不同的填料类型可以测定不同的挥发性有机物,采集和测定的化合物种类较多。</p>	
美国材料与测试协会 ASTM D5466	<p>Determination of Volatile Organic Chemicals in Atmospheres (Canister Sampling Methodology);</p> <p>罐采样技术测定大气中挥发性有机物</p>	<p>适用于测定环境空气、室内空气和工作场所空气的挥发性有机物。采用罐采样、低温预浓缩、热解析技术,气相色谱分离-质谱法或其它检测方法,测定大气中挥发性有机物。</p>	<p>测定目标化合物包括氯苯、1,2-二氯苯、1,3-二氯苯、1,4-二氯苯、1,2,4-三氯苯等在内的90余种大气中挥发性有机物。</p>

3.2 国内氯苯类化合物分析方法研究

大气中氯苯类化合物的测定，主要研究工作场所和大气环境空气。肖上甲等^[18]用活性炭管采集空气样品，二硫化碳解吸，经聚乙二醇 20-M 色谱柱分离，气相色谱氢火焰离子化检测器法对邻二氯苯进行分析，该方法最低检出浓度为 0.8mg/m³，相对标准偏差<2.9%；叶能权等^[19]也介绍了炭管-气相色谱法测定 1,2,4-三氯苯，杨丽莉等^[20]采用 Tenax 富集/石油醚淋洗解吸、DB-23 毛细管柱分离、气相色谱电子捕获检测器法同时测定环境空气中氯苯、二氯苯、三氯苯、四氯苯、五氯苯、六氯苯等 12 种氯苯类化合物。气相色谱法测定大气中氯苯类化合物的部分文献报道见表 6。

表 6 气相色谱法分析大气氯苯类化合物的部分文献

样品类别	分析对象	分离富集手段	最低检出限	RSD%
工作场所	邻二氯苯	活性炭管采集，二硫化碳解吸，聚乙二醇 20-M 柱分离	0.8mg/m ³	<2.9
车间空气	氯苯	GDX-102 柱，直接进样	1.0mg/m ³	2.8
车间空气	邻二氯苯	活性炭采集、二硫化碳解吸进样、FFAP 柱分离	2.0 mg/m ³	3.4
空气	对氯甲苯	活性炭吸附、二硫化碳解吸、FFAP 柱分离	0.15mg/m ³	2.3
环境空气	氯苯、二氯苯、三氯苯、四氯苯、五氯苯、六氯苯等 12 种	Tenax 富集/石油醚解吸、DB-23 毛细管分离、气相色谱 ECD 检测	氯苯 2.0μg/m ³ ，其它 0.01~0.8μg/m ³	/
室内空气	对二氯苯、邻二氯苯、1,2,4-三氯苯、1,2,3,4-四氯苯、五氯苯	Tenax TA 不锈钢吸附管采样/热解吸二次吸附、OPTMA-1 毛细管分离、气相色谱 ECD 检测	0.02~0.36μg/ml	7.4~10.4

在我国现有的环境保护标准监测方法体系中，针对或涉及环境空气和废气中氯苯类化合物的标准分析方法的主要特点见表 7。

表 7 氯苯类化合物测定的相关国内标准

序号	标准名称及编号	适用范围	方法原理	方法特点			
				测定对象	方法检出限	样品采集	分析条件
1	《固定污染源废气中氯苯类的测定气相色谱法》(HJ/T39-1999)	适用于固定污染源有组织排放和无组织排放的氯苯类测定。	氯苯类化合物经疏水性富集剂捕集后,用溶剂洗脱。取洗脱液进行气相色谱分析。采用高效毛细柱为色谱柱,以氢火焰离子化检测器进行检测。	仅限氯苯、1,4-二氯苯、1,2,4-三氯苯 3 种。	1,4-二氯苯 0.4 mg/m ³ (采样 120L, 3ml 解吸液)	高分子多孔小球型载体(二乙烯苯和乙基苯乙烯共聚物类)	毛细柱+氢火焰检测器 FID
2	《大气固定污染源氯苯类化合物的测定气相色谱法》(HJ/T66-2001)	适用于固定污染源有组织排放和无组织排放的氯苯类化合物的测定。	氯苯类化合物经吸附剂 GDX-502 采集后,用二硫化碳解吸。取解吸液进行气相色谱分析。采用玻璃填充柱为色谱柱,以氢火焰离子化检测器进行检测。	仅限氯苯、1,4-二氯苯、1,2,4-三氯苯 3 种。	1,4-二氯苯 0.11 mg/m ³ (采样 30L,3ml 解吸液)	GDX-502 (二乙烯苯、含氮极性单体共聚物)	填充柱+氢火焰检测器 FID
3	《工作场所空气有毒物质测定卤代芳香烃类化合物》GBZ/T 160.47-2004	适用于工作场所空气中卤代芳香烃类化合物的测定。	空气中的氯苯、1,2-二氯苯、1,3-二氯苯、1,4 二氯苯、1,2,4-三氯苯、4-氯甲苯等化合物以活性炭采集,二硫化碳解吸后进样,经色谱柱分离,氢焰离子化检测器检测。	可用于氯苯、二氯苯、1,2,4-三氯苯、溴苯、对氯甲苯和苄基氯等。	/	活性炭	填充柱+氢火焰检测器 FID
4	《环境空气和废气监测分析方法》(第四版增补版)国家环保总局(2007年)	适用于环境空气及排放废气中氯苯类化合物的测定。	利用吸附剂富集气体中氯代苯、二氯苯、三氯苯,然后用二硫化碳淋洗,用气相色谱法分析,氢火焰离子化检测器检测,峰高外标法定量。	限氯苯、1,4-二氯苯、1,2,4-三氯苯 3 种。	氯苯 0.04 mg/m ³ 、1,4-二氯苯 0.4 mg/m ³ (采样 120L, 3ml 解吸液)。	GDX-502	填充玻璃柱+氢火焰检测器 FID

续表

序号	标准名称及编号	适用范围	方法原理	方法特点			
				测定对象	方法检出限	样品采集	分析条件
5	《环境空气挥发性有机物的测定吸附管采样-热脱附/气相色谱-质谱法》(HJ 644-2013)	适用于环境空气中氯苯等35种挥发性有机物的测定。	采用固体吸附剂富集环境空气中挥发性有机物,将吸附管置于热脱附仪中,经气相色谱分离后,用质谱进行检测。	涉及氯苯、1,4-二氯苯、1,2,4-三氯苯3种氯苯类化合物。	氯苯等VOCs 0.3~1.0 μg/m ³ (采样2L,热解析)	固体吸附剂 (内填Carbopack C、Carbopack B、carboxen 1000)	热解析+毛细管柱+GC/MS仪
6	《环境空气挥发性有机物的测定罐采样/气相色谱-质谱法》(HJ 759-2015)	适用于环境空气中氯苯等67种挥发性有机物的测定。	选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。	涉及氯苯、1,4-二氯苯、1,2,4-三氯苯、1,2-二氯苯、1,3-二氯苯等5种氯苯类化合物。	氯苯等VOCs 0.2~2.0 μg/m ³ (采样400mL,全扫描)	不锈钢苏玛罐	苏玛罐+毛细管柱+GC/MS仪

3.3 氯苯类化合物分析方法的最新进展

气相色谱法具有高分离效能、高灵敏度、快速和普及程度高的特点,毛细管柱分离/氢火焰离子化检测器气相色谱法是目前环境样品中氯苯类化合物测定最普遍的检测手段,同时由于氯苯类化合物在其分子结构中含有一个至多个氯原子,也使得气相色谱电子捕获检测器法在氯苯类化合物的测定方面也得到了一定的应用。

此外,随着近些年环境保护事业的快速发展和实验室装备水平的日益提升,采用二次冷阱捕集技术的热脱附装置、以及采用罐采样的气相色谱/质谱联用技术的分析仪器得到了较为广泛的应用,也越来越受到关注。例如丁宇^[21]等利用 Tenax TA 不锈钢吸附管采样/热解吸二次冷阱捕集、OPTMA-1 毛细管分离、气相色谱 ECD 检测方法测定室内空气中二氯苯、三氯苯、四氯苯、五氯苯等化合物,可以不使用二硫化碳溶剂、采用自动进样系统,令操作步骤得到简化;肖珊美等^[22]利用苏玛罐采样预浓缩-GC/MS 测定空气中的氯苯、二氯苯、三氯苯等多种挥发性有机化合物。

4 标准修订的基本原则和技术路线

4.1 标准修订的基本原则

本标准修订时参考国内外标准及文献的方法技术, 兼顾国内检测实验室现有检测能力和实际情况, 确保方法标准的科学性、先进性、普遍适用性和可操作性, 易于推广, 符合《国家环境保护标准制修订工作管理办法》和《环境监测分析方法标准制修订技术导则》(HJ 168-2010) 的要求。保证所编制的方法检出限和测定范围能满足相关环境保护标准和环境保护工作的要求, 方法准确可靠, 能满足各项评价指标的要求, 经过验证确保方法的准确可靠。

- (1) 建立的标准分析方法能够满足各项评价指标的要求;
- (2) 建立的标准分析方法的准确度、精密度和灵敏度达到国外同类方法的同等水平;
- (3) 建立的标准分析方法符合我国目前检测仪器设备和试剂、材料的供应条件;
- (4) 建立的标准分析方法符合环境监测行业人员的技术水平, 能被国内主要的环境分析实验室所使用并达到所规定的要求;
- (5) 建立的标准分析方法具有普遍适用性, 易于推广使用。

4.2 标准的主要技术内容

4.2.1 基本技术路线的确定

通过国内外相关标准、文献的收集、比较, 确定以《固定污染源废气中氯苯类的测定 气相色谱法》(HJ/T 39-1999)、《大气固定污染源氯苯类化合物的测定 气相色谱法》(HJ/T 66-2001) 为基础, 参考《活性炭吸附/溶剂解吸/气相色谱法测定工作场所空气中挥发性芳香烃》(ISO 9487-1991) 和《工作场所空气有毒物质测定 卤代芳香烃类化合物》(GBZ/T 160.47-2004) 的相关内容为本标准制修订的基本技术路线, 即采用固体吸附剂采集大气中的氯苯类化合物, 有机溶剂解吸后以配置氢火焰离子化检测器的气相色谱仪测定各氯苯类化合物的含量。既保持原有监测方法的延续性, 同时仪器配置符合多数基层环境监测实验室的实际状况, 便于推广。

4.2.2 大气中分布特征研究

本标准检测样品类型包括固定污染源废气和无组织排放监控点空气, 标准编制组通过设置模拟废气排放源的方式, 分别考察了氯苯类化合物在大气气相和颗粒物中的分布特征, 试验结果表明, 环境空气和固定污染源废气中一氯代至四氯代苯类化合物各组分主要分布在大气气相中, 在颗粒物中分布较少。

4.2.3 氯苯类化工原料使用情况调研

通过对浙江省全省 694 家环境安全监管企业有毒有害化学品生产使用现状进行的摸底调查,显示其中产品及生产原材料涉及氯苯类化合物的化工类企业 20 多家,占本次调查企业的 3%,调查数据显示,氯苯类化合物作为一种重要的化工原料及产品,在各类化工类生产企业中仍然具有种类较多、使用数量较大的应用特点。

4.2.4 采样方法研究

本标准综合参考了《固定污染源废气中氯苯类的测定 气相色谱法》(HJ/T 39-1999)、《大气固定污染源 氯苯类化合物的测定 气相色谱法》(HJ/T 66-2001)的相关内容,在方法研究中,重点研究了氯苯类化合物在环境监测实践中使用更广泛的活性炭吸附管、原标准中选用的高分子多孔小球型载体 GDX-103 和 GDX-502,以及硅胶、XAD-2 树脂、Tenax TA、氟罗里土等为吸附剂的采样管上的吸附解吸性能。根据实验结论,活性炭和 GDX 系列吸附剂对本标准方法所研究的氯苯类化合物均具有较好的吸附解吸效能。

4.2.5 采样流量、采样时间影响

在本实验所考察的采样流量、采样时间范围内,不同的采样流量、采样时间对活性炭采集的大气中氯苯类化合物的测定未产生明显影响。

4.2.6 样品保存条件研究

通过在活性炭或 GDX 采样管中定量加入氯苯类标准溶液,经模拟采样后置于 4℃冰箱分别冷藏 0~10 天,再测定其回收率的方式,考察氯苯类化合物于活性炭/GDX 上保存的稳定性。实验结论表明,以活性炭、GDX-103 吸附剂采集的氯苯类化合物在 4℃冰箱中冷藏可以稳定保存不少于 7 天。

4.2.7 解吸溶剂的选择

考察了实验室常用的二硫化碳、甲醇、正己烷、乙腈、丙酮、苯作为解吸溶剂对活性炭或 GDX 吸附剂采集的氯苯类化合物的解吸效率,同时还对甲醇、正己烷解吸后的样品进行了二硫化碳再解吸试验。结果表明,甲醇、正己烷、丙酮、乙腈等实验室常用有机溶剂的解吸效率不(够)理想,而二硫化碳具有良好的解吸效能。

4.2.8 标准样品选择

本标准选用了有资质生产商美国 AccuStandard,Inc.为本项目定制生产的氯苯类化合物标准溶液。

4.2.9 色谱柱等分析条件选择

本标准方法中筛选了氯苯类化合物在实验室常用的不同极性毛细管色谱柱上的气相色

谱分离行为，确定中等极性 DB-35MS 柱和强极性 HP-INNOWAX 柱均可满足氯苯类化合物的色谱分析要求，且大气中可能干扰其检测的苯系物和/或硝基苯类化合物，基本不影响氯苯类化合物的测定。

4.2.10 可能的干扰

在所选气相色谱分离分析条件下，大气样品中可能共存的苯系物、硝基苯类化合物基本上不对氯苯类化合物的分析产生影响。

4.3 标准制修订的技术路线

标准编制组查阅国内外相关标准和文献资料，在借鉴国内外相关标准的基础上，通过实验摸索实验条件，撰写《固定污染源废气 氯苯类化合物的测定 气相色谱法》开题报告，组织专家论证。根据专家论证意见，完善确定详细的实验方案，进行实验室内的测定条件优化试验，主要是建立固定污染源废气和无组织排放监控点空气的采样方法和采样条件、确定气体样品的保存条件及气相色谱分析条件，开展方法检出限、精密度及准确度等特性指标试验。编写标准方法草案，通过 6 家相关实验室方法验证，完成标准征求意见稿和编制说明的编制，并在全国范围内征求意见并汇总，在此基础上编制标准文本送审稿和编制说明，审查通过后，最终提交标准方法报批稿，上报环保部环境监测司和科技标准司。

4.3.1 标准拟采用的分析技术方案理由

本项目是对《固定污染源废气中氯苯类的测定 气相色谱法》(HJ/T 39-1999)、《大气固定污染源 氯苯类化合物的测定 气相色谱法》(HJ/T 66-2001) 2 个标准的整合修订，主要是根据国内外废气排放标准的要求，结合我国仪器设备现状和检测能力水平，制定气相色谱/氢火焰离子化检测器法测定固定污染源废气和无组织排放监控点空气中氯苯类化合物的分析方法标准，选择方便、合适的大气采样方法，使用相对更普及的气相色谱/氢火焰离子化检测器法测定固定污染源和无组织排放监控点空气中氯苯类化合物。

本标准使用的标准物质选择与有资质供应商合作定制氯苯类化合物标准溶液的方式，也可选用市售标准物质作为标准参考物质，通过气相色谱分析条件研究（主要是色谱柱的选择及色谱分离条件的优化），实现多组分氯苯类化合物的分离和同时测定，必要时考虑使用双柱定性，或配合气相色谱/质谱联用技术定性。在样品采集时，主要是考虑样品的均匀性、代表性和样品的稳定性，选择目前环境监测实践中的应用更普及的吸附剂作为样品富集材料，缩减繁琐的预处理过程，减少富集材料和废气样品基质可能带来的其它干扰。

4.3.2 国内环境监测工作应用拟采用的分析技术方案前景

目前，就国内环境监测系统相关仪器设备的装备情况而言，各地市、县级环境监测站等基层检测实验室均已配备气相色谱仪等先进的分析仪器，以及常规的废气污染源和无组织排放厂界监控点监测采样设备，因此，在硬件配置上均具备开展废气中氯苯类化合物的采样监测能力。

今后，国内环境监测工作应用拟采用的分析技术方案前景主要取决于标准方法的适用性、可操作性、方法的难易程度，以及所选用监测仪器的普及程度。本修订标准所采用的固定污染源废气和厂界无组织排放监控点空气的样品采集方法、使用气相色谱分析技术的测定方法，应用前景良好。

本方法修订的技术路线图见图1。

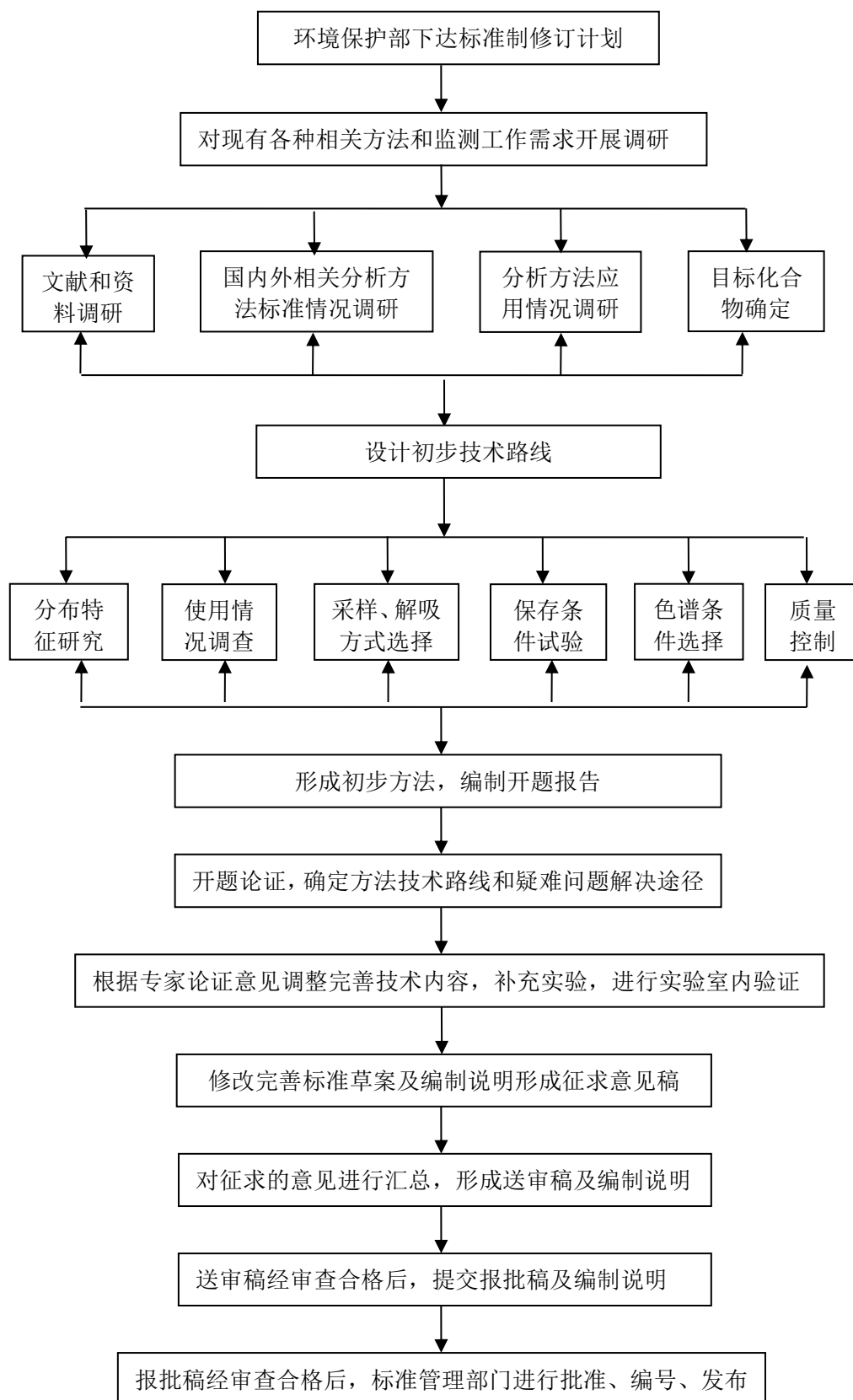


图1 本标准制订的技术路线图

5 方法研究报告

5.1 方法研究的目标

(1) 通过对原有《固定污染源废气中氯苯类的测定 气相色谱法》(HJ/T 39-1999)、《大气固定污染源 氯苯类化合物的测定 气相色谱法》(HJ/T 66-2001)2个标准的整合修订完善,研究建立一种适合定量测定固定污染源废气和无组织排放监控点空气中氯苯类化合物的气相色谱分析方法;

(2) 研究方法的采样、分析关键技术,编制易于实行的标准方法文本,建立既满足当前环境保护工作的需要,又适应当前实验室仪器设备装备水平的标准分析方法;

(3) 本方法研究包括方法适用目标化合物的确认、样品的采集方法(吸附剂类型、采样流量和采样时间)的选择、样品的保存、样品的提取(解吸溶剂)、仪器分析条件(色谱柱类型和色谱分离条件)、数据处理和质量控制等方面内容;

(4) 进行方法验证,得到方法的检出限、测定下限、精密度和准确度等性能指标;氯苯类化合物的方法检出限达到 0.05 mg/m^3 ,满足现行排放控制标准的要求,实验室内相对标准偏差 10%以内,活性炭采样管对氯苯、二氯苯、三氯苯各组分的加标回收率大于 75%,GDX-103 系列吸附管对氯苯、二氯苯、三氯苯、四氯苯各组分的方法加标回收率 85%以上。

(5) 本标准方法根据《环境监测分析方法标准制订技术导则》(HJ 168-2010)要求及实验室实际应用情况编制。

5.2 标准的适用范围

5.2.1 标准的适用范围

HJ/T 39-1999、HJ/T 66-2001 修订内容:通过方法研究和相关资料查阅、调研,将标准适用范围由氯代苯、1,4-二氯苯、1,2,4-三氯苯 3种扩展至氯苯、2-氯甲苯、3-氯甲苯、4-氯甲苯、1,2-二氯苯、1,3-二氯苯、1,4-二氯苯、1,2,3-三氯苯、1,2,4-三氯苯、1,3,5-三氯苯、1,2,3,4-四氯苯、1,2,3,5-四氯苯、1,2,4,5-四氯苯等 13种组分,修订了方法检出限和定量下限。

通过 6家实验室的方法验证结果统计得到,当以活性炭为吸附剂采样体积 20 L 时,氯苯、一氯甲苯、二氯苯、三氯苯各组分的检出限为 $0.02\sim 0.03 \text{ mg/m}^3$,测定下限为 $0.08\sim 0.2 \text{ mg/m}^3$;以 GDX-103 为吸附剂时,氯苯、一氯甲苯、二氯苯、三氯苯、四氯苯各组分的检出限为 $0.02\sim 0.05 \text{ mg/m}^3$,测定下限为 $0.08\sim 0.2 \text{ mg/m}^3$ 。

本次修订验证所使用的气相色谱仪主要为进口设备,性能较好,目前国产气相色谱仪已

被众多检测机构采用，其中领先品牌仪器性能与进口气相色谱仪的性能也无明显差异；按照当前环境管理的要求，例《大气污染物综合排放标准》（GB 16297-1996）中规定无组织排放监控点浓度限值为 0.40 mg/m³，氯苯类化合物的检出限达到 0.05 mg/m³ 已能满足环境管理要求，也有利于各地各级检测机构对标准的实施，因此最终修订方法检出限为 0.03mg/m³（使用活性炭吸附剂时）、0.05 mg/m³（使用 GDX 系列吸附剂时）。

5.2.2 标准的适用环境要素和目标化合物的确定

根据 2014 年 5 月环境保护部下达的《固定污染源排气 氯苯类的测定 气相色谱法》标准（项目统一编号为 2014-28）（后经论证委员会评审本标准更名为《固定污染源废气 氯苯类化合物的测定 气相色谱法》）修订要求，本标准是对《固定污染源废气中氯苯类的测定 气相色谱法》（HJ/T 39-1999）和《大气固定污染源氯苯类化合物的测定 气相色谱法》（HJ/T 66-2001）的修订，目标化合物为废气中的氯苯类化合物。查阅国内外相关标准及文献资料可知，氯苯类化合物及其衍生物是化工、医药、制革、电子等行业广泛使用的化工原料、有机合成中间体和有机溶剂，在我国工业生产中广泛使用，是我国及其它一些国家和国际组织规定的环境优先监测污染物。

为了确定本标准适用的环境要素和目标化合物，标准编制组选用活性炭吸附剂、玻璃纤维滤膜+玻璃棉作为捕集材料，对大气和污染源废气中氯苯类化合物在气相和颗粒物中分布特征进行了研究，并对浙江省化工类企业涉氯苯类化合物的使用情况进行了调研。

5.2.2.1 大气中氯苯类化合物分布特征研究

为了考察含不同氯原子之氯苯类化合物在大气中的分布特征，标准编制组分别称取氯苯、1,2-二氯苯、1,3-二氯苯、1,4-二氯苯、1,2,3-三氯苯、1,2,4-三氯苯、1,3,5-三氯苯、1,2,3,4-四氯苯、1,2,3,5-四氯苯、1,2,4,5-四氯苯各约 100mg 配制成含氯苯类化合物的甲醇混合溶液，选择在一个密闭的房间（其容积约 11m³）内，将该溶液置于一敞开的瓷盘中，以一台台扇和一台立扇在不同层面将氯苯类混合物强制分散到密闭空间中，该房间同时存放有一定量细颗粒状飞灰（生活垃圾焚烧废气处理设施布袋除尘器收集飞灰，粒径<250μm）。平衡约 30min 后，以一根填充“玻璃纤维滤膜+玻璃棉”采样管与一根活性炭采样管相串联的形式，0.5L/min 流量采集空气中氯苯类化合物 40min。

样品采毕，将采样管中“玻璃纤维滤膜+玻璃棉”和活性炭分别转移至 5ml 带塞试管中，各加入 1ml 二硫化碳超声解吸 3min，再静置 40min，在一定气相色谱分析条件下，测定解吸液中氯苯类混合物各组分的浓度。

氯苯类化合物在大气气相和颗粒物中分布特征测试数据见表 8。

表 8 氯苯类化合物在环境空气中分布特征研究

单位: mg/m³

“玻璃纤维滤膜+玻璃棉”采样管中氯苯类化合物测定结果						
混合物名称	1	2	3	4	5	6
氯苯	<0.022	<0.022	<0.022	<0.022	<0.022	<0.022
1,3-二氯苯	<0.025	<0.025	<0.025	<0.025	<0.025	<0.025
1,4-二氯苯	<0.020	<0.020	<0.020	<0.020	<0.020	<0.020
1,2-二氯苯	<0.020	<0.020	<0.020	<0.020	<0.020	<0.020
1,3,5-三氯苯	<0.019	<0.019	<0.019	<0.019	<0.019	<0.019
1,2,4-三氯苯	<0.017	<0.017	<0.017	<0.017	<0.017	<0.017
1,2,3-三氯苯	<0.020	<0.020	<0.020	<0.020	<0.020	<0.020
1,2,3,5-四氯苯	<0.017	<0.017	<0.017	<0.017	<0.017	<0.017
1,2,4,5-四氯苯	<0.016	<0.016	<0.016	<0.016	<0.016	<0.016
1,2,3,4-四氯苯	<0.017	<0.017	<0.017	<0.017	<0.017	<0.017
“活性炭”采样管中氯苯类化合物测定结果						
氯苯	3.79	3.82	3.82	4.00	4.00	3.56
1,3-二氯苯	3.22	3.34	3.38	3.53	3.53	3.15
1,4-二氯苯	3.30	3.42	3.45	3.62	3.62	3.22
1,2-二氯苯	2.96	3.06	3.10	3.26	3.25	2.90
1,3,5-三氯苯	1.64	1.72	1.81	1.84	1.87	1.66
1,2,4-三氯苯	1.18	1.23	1.32	1.34	1.35	1.20
1,2,3-三氯苯	0.952	0.980	1.06	1.08	1.09	0.971
1,2,3,5-四氯苯	0.445	0.446	0.516	0.506	0.520	0.461
1,2,4,5-四氯苯	0.152	0.152	0.177	0.174	0.177	0.158
1,2,3,4-四氯苯	0.300	0.284	0.333	0.332	0.338	0.300

表 8 测定结果表明, 环境大气中一氯代至四氯代苯类各化合物主要分布在气相中, 在颗粒物中分布较少。

5.2.2.2 污染源废气中氯苯类化合物分布特征研究

配制含氯苯、1,2-二氯苯、1,3-二氯苯、1,4-二氯苯、1,2,3-三氯苯、1,2,4-三氯苯、1,3,5-三氯苯、1,2,3,4-四氯苯、1,2,3,5-四氯苯、1,2,4,5-四氯苯各约 2g 的氯苯类化合物甲醇混合溶液, 选择在一个密闭的通风柜内, 将该混合溶液置于一敞开的瓷盘中, 瓷盘下以石墨加热板

控温加热至约 200℃，通风柜内同时放置有细颗粒飞灰，以一台台扇将氯苯类混合物和飞灰强制分散到空间中，同时开启通风柜风机模拟有组织排放废气污染源，如图 2 所示。



图 2 模拟废气污染源示意图



图 3 污染源废气采样示意图

选择 250mm×φ 10mm 玻璃采样管，内填充约 40mm 玻璃棉+2g 活性炭，其中玻璃棉主要用于捕集颗粒物中氯苯类化合物，活性炭用于采集气相中氯苯类化合物，如图 4 所示。

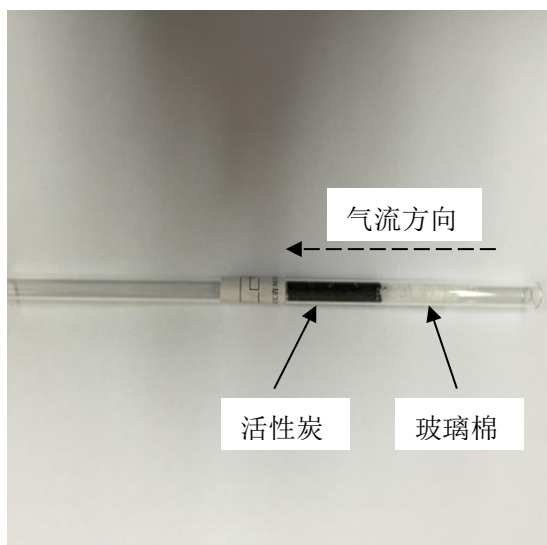


图 4 污染源废气氯苯类化合物分布测试用采样管

如图 3 所示，以 0.5L/min 流量采集废气中氯苯类化合物 10min。采毕将采样管中的玻璃棉和活性炭分别转移至 5ml 带塞试管中，以 1ml 和 3ml 二硫化碳解吸，分别测定解吸液中氯苯类混合物各组分的浓度。

氯苯类化合物在固定污染源废气气相和颗粒物中分布特征测试数据见表 9，气相色谱图

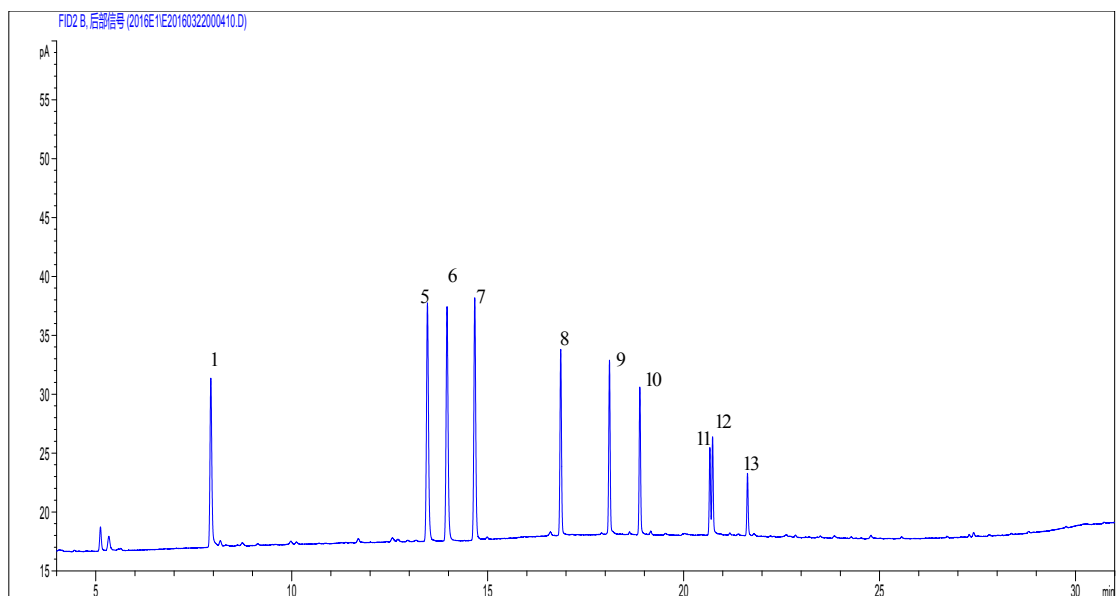
见图 5。

表 9 氯苯类化合物在污染源废气中分布特征研究

单位: mg/m³

化合物名称		1	2	3	4	5	6
氯苯	颗粒物	0.028	0.264	0.100	0.163	0.042	0.015
	气相	5.90	4.32	2.25	1.51	0.546	0.058
1,3-二氯苯	颗粒物	0.014	0.221	0.081	0.138	0.045	0.020
	气相	2.27	1.60	1.70	1.14	0.664	0.267
1,4-二氯苯	颗粒物	0.012	0.205	0.076	0.130	0.040	0.012
	气相	2.09	1.46	1.61	1.08	0.661	0.281
1,2-二氯苯	颗粒物	0.010	0.178	0.072	0.123	0.043	0.014
	气相	1.74	1.19	1.42	0.951	0.616	0.332
1,3,5-三氯苯	颗粒物	0.013	0.076	0.041	0.069	0.038	0.015
	气相	0.830	0.568	0.868	0.576	0.522	0.697
1,2,4-三氯苯	颗粒物	0.013	0.054	0.036	0.062	0.033	0.013
	气相	0.538	0.350	0.650	0.420	0.319	0.627
1,2,3-三氯苯	颗粒物	0.013	0.045	0.035	0.056	0.037	0.013
	气相	0.387	0.247	0.502	0.331	0.251	0.642
1,2,3,5-四氯苯	颗粒物	<0.017	<0.017	0.024	0.037	0.047	0.017
	气相	0.127	0.086	0.263	0.167	0.096	0.668
1,2,4,5-四氯苯	颗粒物	<0.016	<0.016	0.038	0.055	0.055	0.016
	气相	0.111	0.082	0.337	0.226	0.090	0.678
1,2,3,4-四氯苯	颗粒物	<0.017	<0.017	0.033	0.045	0.073	0.024
	气相	0.100	0.073	0.191	0.140	0.082	0.545
氯苯类总量	颗粒物	0.10	1.04	0.54	0.88	0.45	0.16
	气相	14.1	9.97	9.79	6.53	3.85	4.81
占比 (%)	颗粒物	0.7	9.4	5.2	11.9	10.5	3.2
	气相	99.3	90.6	94.8	88.1	89.5	96.8

表 9 测试结果可以看出,模拟固定污染源废气中一氯代至四氯代苯各组分主要分布在气相中,其含量约占 90%及以上。



1. 氯苯 5.1,3-二氯苯 6. 1,4-二氯苯 7. 1,2-二氯苯 8. 1,3,5-三氯苯 9. 1,2,4-三氯苯
 10. 1,2,3-三氯苯 11. 1,2,3,5-四氯苯 12. 1,2,4,5-四氯苯 13. 1,2,3,4-四氯苯

图5 模拟污染源废气氯苯类化合物气相色谱图

5.2.2.3 浙江省化工类企业氯苯类原料使用情况调查

根据浙江省环境保护局浙环办函（2008）86号“关于开展环境安全重点监管企业现状调查的通知”精神，浙江省环境保护厅组织浙江省环境监测中心和浙江省环境执法稽查总队，于2014年3~5月对全省694家环境安全监管企业有毒有害化学品生产使用现状和应急处置设施建设情况进行了不完全摸底调查，其中产品及生产原材料涉及氯苯类化合物的化工类企业约20多家，占本次调查企业的2.9%。企业涉氯苯类化合物原料名称及年使用量如表10所示。

表10结果表明，氯苯类化合物在各类化工类生产企业中具有种类较多、使用数量较大的应用特点。

表 10 浙江省化工类企业涉氯苯类化合物使用情况调查

序号	企业名称		涉氯苯类原料名称及年使用量 (t/a)
1	丽水地区	浙江某化学有限公司	氯苯 (830)
2	温州地区	温州市某化工有限公司	间二氯苯 (14)
3		乐清市某化工有限公司	对硝基氯苯 (4500)
4	金华地区	浙江某化学有限公司	三氯苯 (600)
5		浙江某氟化学有限公司	二氯三氟甲苯 (171.9)
6		浙江某化工有限公司	4-氯甲苯 (1135.72)、 对氯三氟甲苯 (370.22)
7	宁波地区	宁波某硼纳有限公司	溴苯 (3)
8		宁波某化学品有限公司	对氯苯甲醛 (180)
9	绍兴地区	浙江某化学品有限公司	2,4-二氯硝基苯 (2400)
10		浙江某化工有限公司	2,3-二硝基氯苯 (3300)、 对硝基氯苯 (5610)
11		上虞市某化学工业有限公司	间二氟苯 (120)
12		浙江某股份有限公司	氯苯 (40000)、 对/间/邻硝基氯苯 (30000)
13		浙江某股份有限公司	氯苯 (450)
14		浙江某化工有限公司	氟苯 (1100)
15	台州地区	浙江某药业股份有限公司	氯苯 (86.5)
16		浙江某科技股份有限公司	2,3-二氯硝基苯 (2032)、 1,3-二氯苯 (526)、邻硝基氯苯 (964)、 对硝基氯苯 (289)
17		浙江某药业有限公司	氯苯 (4.95)
18		台州某化工有限公司	2,4-二硝基氯苯 (2700)
19		浙江某化工股份有限公司	氯苯 (680)
20	衢州地区	浙江某控股集团有限公司	对硝基氯苯 (5200)、邻硝基氯苯 (1900)、 2-氯-5-硝基苯氰 (1190)、氯苯 (210)、 3,4-二氯硝基苯 (2980)、 2,4-二氯氟苯 (2000)
21		常山县某化学有限公司	3,4-二氯硝基苯 (1000)、 对硝基氯苯 (1500)、1,2-二氯苯 (900)
22		常山县某化工有限责任公司	3,4-二氯硝基苯 (1800)、 4-硝基氯苯 (1500)
23		浙江省某化工有限责任公司	氯苯 (43326)、对硝基氯苯 (24815)、 邻硝基氯苯 (15403)
24		浙江某化工有限公司	对硝基氯苯 (4740)、邻硝基氯苯 (2133)

因此,为满足大气质量和废气污染物排放标准的要求,综合各方面相关资料和调研信息,并结合氯苯类化合物在大气和污染源废气中的分布特征,考虑到氯苯类化合物在不同固体吸附剂采样管上被采集和被有机溶剂的解吸效率,标准编制组将本标准方法测定的目标化合物在 HJ/T 39-1999、HJ/T 66-2001 的基础上,增加 2-氯甲苯、3-氯甲苯、4-氯甲苯、1,2-二氯苯、1,3-二氯苯、1,2,3-三氯苯、1,3,5-三氯苯、1,2,3,4-四氯苯、1,2,3,5-四氯苯、1,2,4,5-四氯苯等 10 种组分,确定为氯苯、2-氯甲苯、3-氯甲苯、4-氯甲苯、1,2-二氯苯、1,3-二氯苯、1,4-二氯苯、1,2,3-三氯苯、1,2,4-三氯苯、1,3,5-三氯苯、1,2,3,4-四氯苯、1,2,3,5-四氯苯、1,2,4,5-四氯苯等共 13 种物质,适用的环境要素为工业企业固定污染源废气和无组织排放监控点空气。

5.3 规范性引用文件

HJ/T 39-1999、HJ/T 66-2001 修订内容:在原有引用标准基础上,增加了《烟气采样器技术条件》(HJ/T 47)、《环境空气质量手工监测技术规范》(HJ/T 194)、《固定污染源监测质量保证与质量控制技术规范(试行)》(HJ/T 373)、《环境空气采样器技术要求及检测方法》(HJ/T 375),监测技术参考《大气污染物无组织排放监测技术导则》(HJ/T 55)、《固定源废气监测技术规范》(HJ/T 397)。

5.4 术语和定义

HJ/T 39-1999、HJ/T 66-2001 原两个标准中氯苯类化合物定义均为“一系列苯的氯取代异构体的总称,在本标准中指氯代苯、1,4-二氯苯、1,2,4-三氯苯测定结果的加和”。

我国 1997 年 1 月 1 日开始实施的《大气污染物综合排放标准》(GB 16297-1996)是现行的国家大气污染物综合性排放标准,根据国家环境保护局科技标准司《大气污染物综合排放标准详解》(中国环境科学出版社,1997 年 10 月出版发行)释义,氯苯类化合物主要包括氯代苯、二氯苯(1,2-二氯苯、1,3-二氯苯、1,4-二氯苯)、三氯苯(1,2,3-三氯苯、1,2,4-三氯苯、1,3,5-三氯苯)等,也即 HJ/T 39-1999、HJ/T 66-2001 标准方法所定义和测定的氯苯类化合物,未能完全涵盖 GB 16297-1996 中所定义的氯苯类化合物种类。《环境空气 挥发性有机物的测定 罐采样/气相色谱-质谱法》(HJ 759-2015)中也包括氯苯、1,4-二氯苯、1,2,4-三氯苯、1,2-二氯苯、1,3-二氯苯等氯苯类化合物。

上海市《大气污染物综合排放标准》(DB 31/933-2015)中明确“氯苯类化合物”指氯苯、1,2-二氯苯、1,3-二氯苯、1,4-二氯苯、1,2,3-三氯苯、1,2,4-三氯苯、1,3,5-三氯苯浓度的

数学加和；北京市《大气污染物综合排放标准》(DB 11/501-2007)、重庆市《大气污染物排放标准》(DB 50/418-2016)、广东省《大气污染物排放限值》(DB 44/27-2001)标准文本及编制说明均未对氯苯类化合物进行定义。

美国环保署虽未对氯苯类化合物予以清晰定义，但 EPA method TO-14A 测定目标化合物包括了氯苯、氯甲苯、1,2-二氯苯、1,3-二氯苯、1,4-二氯苯、1,2,4-三氯苯等大气中挥发性有机物，EPA method TO-15、ASTM D5466 测定的目标化合物也涉及氯苯、1,2-二氯苯、1,3-二氯苯、1,4-二氯苯、1,2,4-三氯苯等大气中挥发性有机物。

因此，根据我国现行国家和现有部分地方排放标准的定义，以及现行的环境空气和废气类污染物检测方法标准，考虑到本标准的适用性和前瞻性，本标准将氯苯类化合物的定义修订为“一系列苯的氯取代异构体化合物。在本标准中是指氯苯、2-氯甲苯、3-氯甲苯、4-氯甲苯、1,2-二氯苯、1,3-二氯苯、1,4-二氯苯、1,2,3-三氯苯、1,2,4-三氯苯、1,3,5-三氯苯、1,2,3,4-四氯苯、1,2,3,5-四氯苯、1,2,4,5-四氯苯等 13 种组分”。

根据 2017 年 9 月 13 日在北京召开的该标准征求意见稿技术审查意见，征求意见稿标准文本中删除了“术语和定义”相关内容。

5.5 方法原理

HJ/T 39-1999 修订内容：在原使用的疏水性富集剂的基础上，增加了环境监测实践中使用更为广泛的活性炭作为富集材料，以提高本方法的适用性。HJ/T 66-2001 无方法原理相关内容，但两方法的基本技术路线都是，用富集剂采集大气中氯苯类化合物，以有机溶剂解吸，解吸液使用选定色谱柱分离后进行定量，得到各组分的浓度。《活性炭吸附/溶剂解吸/气相色谱法测定工作场所空气中挥发性芳香烃》(ISO 9487-1991)和《工作场所空气有毒物质测定卤代芳香烃类化合物》(GBZ/T 160.47-2004)也采用了相似的技术路线。

《利用低温预浓缩技术/气相色谱火焰离子化和电子捕获检测法测定环境空气中挥发性有机化合物》(EPA TO-3)的技术路线，采用低温预浓缩技术富集后测定环境空气中挥发性有机化合物，可以减少吸附剂采集与溶剂解吸过程中可能存在的样品失真情况，但该方法仪器较复杂。

《苏玛罐预浓缩/气相色谱法测定环境空气中挥发性有机物》(EPA TO-14)、《苏玛罐预浓缩/气相色谱-质谱法测定环境空气中挥发性有机物》(EPA TO-15)和《罐采样技术测定大气中挥发性有机物》(美国材料与测试协会 ASTM D5466)等方法则采用了 SUMMA 罐采样、低温预浓缩技术，结合气相色谱-质谱法(或气相色谱法)测定包括氯苯、1,4-二氯苯等氯苯

类化合物在内的大气中的挥发性有机物，仪器更为复杂，一般实验室尚不具备相关检测设备和能力。

考虑到方法的延续和国内基层环境监测实验室的仪器装备水平，本标准依然采用第一种技术路线，即：

固定污染源废气和无组织排放监控点空气中氯苯类化合物经活性炭或 GDX-103 吸附剂采样管捕集后，用二硫化碳溶剂解吸，解吸液经毛细管气相色谱柱分离，以氢火焰离子化检测器检测，根据保留时间定性，峰面积外标法定量。

5.6 试剂和材料

5.6.1 氯苯类化合物标准溶液

HJ/T 39-1999、HJ/T 66-2001 修订内容：2 个标准方法中氯苯类化合物混合标准溶液均选用了色谱纯标准品自行配制。为了减少人为配制误差，本标准中除可选择以氯苯类化合物标准品自行配制外，也可直接购买国内外有资质生产商生产的氯苯类化合物标准溶液，例购自美国 AccuStandard, Inc. 和国家环境保护部标准样品研究所等生产的有证单体或多种混合标准物质。

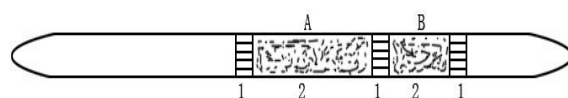
为了便于本项目的顺利开展，标准修订组与北京百灵威科技有限公司合作由美国 AccuStandard, Inc. 定制了包含氯苯、氯甲苯、二氯苯、三氯苯、四氯苯等 13 种氯苯类化合物标准溶液（产品编号 S-67435-R1，浓度为 1000 $\mu\text{g/ml}$ ），供本标准修订工作使用。

5.6.2 采样吸附剂类型的选择

HJ/T 39-1999、HJ/T 66-2001 修订内容：2 个标准中均选用了二乙烯基苯与乙基苯乙烯共聚物高分子多孔小球型载体 GDX 系列作为大气中氯苯类化合物的吸附剂，此类吸附剂应用不多、基体复杂导致预处理过程繁琐，且价格昂贵（相对于气相色谱分析收费以及常用的活性炭、硅胶等吸附剂采样管）。

样品吸附剂的选择主要考虑介质自身的稳定性、对目标化合物的捕集效率、目标化合物在采样介质上的稳定性和解吸效率等因素。本标准方法中除保留使用 GDX-103 系列吸附剂采样管外，同时选择了在环境监测实践中应用更普及且价廉物美的活性炭吸附剂采样管。此外，还对大气中氯苯类化合物在硅胶、XAD-2 树脂、Tenax TA、氟罗里土等为吸附剂的采样管上的吸附/解吸情况进行了研究。

大气和污染源废气中氯苯类化合物采集参照原检测标准 HJ/T 39-1999、HJ/T 66-2001 选用内填吸附剂的采样管，采样管内吸附剂采用前后两段填充方式，详见图 6。



1-玻璃棉 2-吸附剂

图6 吸附剂采样管

考察大气中氯苯类化合物在各种吸附剂上的吸附/解吸情况，方法是在所选择的吸附剂采样管中，以 10 μ l 微量进样器分别注入浓度为 1000 μ g/ml 的 13 种氯苯类标准溶液 10 μ l（即加入量 10 μ g），静置平衡 40min 后，采样管连接于大气采样仪上以 0.5L/min 流量模拟采样 40min。采毕，将采样管中吸附剂转移至 5ml 带塞试管中，以 1.00~2.00ml 二硫化碳溶剂超声解吸，考察不同类型吸附剂对氯苯类化合物的吸附性能。

氯苯类化合物在不同类型吸附剂上的吸附解吸性能（以加标回收率表示）测试结果见表 11.1~表 11.7，试验结果汇总见表 11.8。

表 11.1 氯苯类化合物在活性炭中的吸附解吸性能试验

化合物名称	加标量 (μ g)	回收率测试结果 (%)						回收率 均值 (%)
		1	2	3	4	5	6	
氯苯	10.0	95.6	92.6	95.3	97.6	104	100	97.5
2-氯甲苯	10.0	93.0	89.8	91.8	94.6	100	96.7	94.3
3-氯甲苯	10.0	93.2	89.2	93.8	94.6	102	96.9	95.0
4-氯甲苯	10.0	96.0	93.9	95.0	98.8	104	101	98.1
1,3-二氯苯	10.0	91.0	87.0	88.9	92.0	97.1	93.6	91.6
1,4-二氯苯	10.0	88.8	85.2	86.8	90.0	94.8	91.0	89.4
1,2-二氯苯	10.0	86.4	82.6	83.3	87.0	91.4	87.6	86.4
1,3,5-三氯苯	10.0	86.6	82.4	84.2	87.7	91.8	87.9	86.8
1,2,4-三氯苯	10.0	79.0	74.2	74.6	78.8	81.7	77.6	77.7
1,2,3-三氯苯	10.0	73.0	68.1	67.4	72.0	74.0	70.2	70.8
1,2,3,5-四氯苯	10.0	68.1	62.8	61.8	66.7	67.6	63.4	65.1
1,2,4,5-四氯苯	10.0	67.2	62.0	61.2	66.0	67.2	63.0	64.4
1,2,3,4-四氯苯	10.0	55.4	50.5	48.4	53.7	53.6	49.6	51.9

表 11.2 氯苯类化合物在 GDX-103 中的吸附解吸性能试验

化合物名称	加标量 (μg)	回收率测试结果 (%)						回收率 均值 (%)
		1	2	3	4	5	6	
氯苯	10.0	108	106	109	106	104	104	106
2-氯甲苯	10.0	97.4	95.2	97.6	93.8	93.2	93.4	95.1
3-氯甲苯	10.0	96.8	98.4	99.6	96.4	94.7	96.0	97.0
4-氯甲苯	10.0	93.6	94.4	96.2	93.6	91.5	93.1	93.7
1,3-二氯苯	10.0	101	100	98.4	91.8	94.6	95.1	96.8
1,4-二氯苯	10.0	99.4	100	101	97.1	97.2	96.0	98.5
1,2-二氯苯	10.0	101	102	103	99.0	97.8	97.9	100
1,3,5-三氯苯	10.0	98.8	99.3	100.7	96.4	95.0	95.2	97.6
1,2,4-三氯苯	10.0	99.8	100	100.8	96.9	96.2	95.8	98.3
1,2,3-三氯苯	10.0	103	104	102	98.0	97.8	97.0	100
1,2,3,5-四氯苯	10.0	105	108	107	102	101	102	104
1,2,4,5-四氯苯	10.0	98.2	101	99.2	96.6	95.2	95.6	97.7
1,2,3,4-四氯苯	10.0	99.8	99.9	102	98.5	97.2	94.2	98.5

表 11.3 氯苯类化合物在 GDX-502 中的吸附解吸性能试验

化合物名称	加标量 (μg)	回收率测试结果 (%)						回收率 均值 (%)
		1	2	3	4	5	6	
氯苯	10.0	101	103	102	104	102	102	102
2-氯甲苯	10.0	85.4	86.9	87.5	89.3	87.3	85.7	87.0
3-氯甲苯	10.0	92.0	95.8	96.7	95.5	92.6	91.1	94.0
4-氯甲苯	10.0	80.8	82.8	84.0	84.4	83.1	82.0	82.9
1,3-二氯苯	10.0	87.1	89.9	90.6	91.3	90.1	88.1	89.5
1,4-二氯苯	10.0	96.2	97.7	98.1	97.7	94.7	94.1	96.4
1,2-二氯苯	10.0	91.2	95.1	95.3	95.9	94.7	92.4	94.1
1,3,5-三氯苯	10.0	98.4	101	104	102	102	99.6	101
1,2,4-三氯苯	10.0	95.4	99.6	100.7	99.2	99.0	97.6	98.6
1,2,3-三氯苯	10.0	93.0	98.4	98.7	96.7	97.9	96.3	96.8
1,2,3,5-四氯苯	10.0	103	109	110	108	109	108	108
1,2,4,5-四氯苯	10.0	96.8	102	103	102	102	102	102
1,2,3,4-四氯苯	10.0	94.5	100	101	99.7	99.7	99.6	99.2

表 11.4 氯苯类化合物在 XAD-2 中的吸附解吸性能试验

化合物名称	加标量 (μg)	回收率测试结果 (%)						回收率 均值 (%)
		1	2	3	4	5	6	
氯苯	10.0	79.2	86.4	77.1	79.4	95.0	101	86.4
2-氯甲苯	10.0	48.5	46.8	46.2	46.0	53.6	49.7	48.5
3-氯甲苯	10.0	48.8	48.4	46.4	46.8	54.4	49.9	49.1
4-氯甲苯	10.0	48.6	47.1	45.6	46.7	53.7	50.2	48.7
1,3-二氯苯	10.0	72.4	76.8	67.8	70.2	84.2	77.6	74.8
1,4-二氯苯	10.0	51.4	47.0	44.4	46.0	52.8	47.9	48.3
1,2-二氯苯	10.0	49.6	48.4	47.1	47.0	55.0	50.0	49.5
1,3,5-三氯苯	10.0	49.5	50.2	47.2	47.6	54.7	49.8	49.8
1,2,4-三氯苯	10.0	50.3	48.4	47.0	47.6	55.4	50.2	49.8
1,2,3-三氯苯	10.0	49.2	48.1	45.6	46.0	53.2	48.8	48.5
1,2,3,5-四氯苯	10.0	50.0	49.0	45.8	46.2	53.4	49.4	49.0
1,2,4,5-四氯苯	10.0	51.4	50.0	47.2	47.9	54.7	50.6	50.3
1,2,3,4-四氯苯	10.0	50.5	49.3	46.4	46.8	53.4	50.2	49.4

表 11.5 氯苯类化合物在硅胶中的吸附解吸性能试验

化合物名称	加标量 (μg)	回收率测试结果 (%)						回收率 均值 (%)
		1	2	3	4	5	6	
氯苯	10.0	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5
2-氯甲苯	10.0	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5
3-氯甲苯	10.0	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5
4-氯甲苯	10.0	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5
1,3-二氯苯	10.0	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5
1,4-二氯苯	10.0	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5
1,2-二氯苯	10.0	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5
1,3,5-三氯苯	10.0	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5
1,2,4-三氯苯	10.0	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5
1,2,3-三氯苯	10.0	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5
1,2,3,5-四氯苯	10.0	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5
1,2,4,5-四氯苯	10.0	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5
1,2,3,4-四氯苯	10.0	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5

表 11.6 氯苯类化合物在 Tenax TA 中的吸附解吸性能试验

化合物名称	加标量 (μg)	回收率测试结果 (%)						回收率 均值 (%)
		1	2	3	4	5	6	
氯苯	10.0	56.7	56.3	51.9	55.4	62.8	59.3	57.1
2-氯甲苯	10.0	52.4	54.2	47.9	52.2	56.9	55.6	53.2
3-氯甲苯	10.0	52.0	55.7	48.8	53.5	58.2	57.4	54.3
4-氯甲苯	10.0	53.4	59.0	52.8	57.2	61.2	62.2	57.6
1,3-二氯苯	10.0	52.8	58.2	51.6	55.7	60.2	60.7	56.5
1,4-二氯苯	10.0	52.5	58.9	52.3	56.5	60.7	62.0	57.2
1,2-二氯苯	10.0	51.6	55.6	50.1	53.0	57.5	56.8	54.1
1,3,5-三氯苯	10.0	49.7	52.6	46.0	50.1	54.1	52.2	50.8
1,2,4-三氯苯	10.0	48.4	52.9	46.2	50.5	52.9	52.0	50.5
1,2,3-三氯苯	10.0	49.4	51.2	44.5	48.8	52.0	49.7	49.3
1,2,3,5-四氯苯	10.0	40.7	41.0	35.8	38.9	42.2	39.0	39.6
1,2,4,5-四氯苯	10.0	55.9	57.2	48.6	53.0	57.3	54.7	54.5
1,2,3,4-四氯苯	10.0	46.7	47.8	40.8	44.6	48.6	44.3	45.5

表 11.7 氯苯类化合物在弗罗里土中的吸附解吸性能试验

化合物名称	加标量 (μg)	回收率测试结果 (%)						回收率 均值 (%)
		1	2	3	4	5	6	
氯苯	10.0	3.4	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5
2-氯甲苯	10.0	9.9	0.6	<0.5	<0.5	<0.5	0.4	1.8
3-氯甲苯	10.0	10.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	1.8
4-氯甲苯	10.0	11.5	1.6	0.8	0.8	0.8	1.7	2.9
1,3-二氯苯	10.0	12.8	0.9	<0.5	<0.5	<0.5	1.0	2.4
1,4-二氯苯	10.0	14.0	1.4	<0.5	<0.5	<0.5	1.5	2.8
1,2-二氯苯	10.0	14.2	1.4	<0.5	<0.5	<0.5	1.2	2.8
1,3,5-三氯苯	10.0	25.3	11.5	10.2	7.8	5.5	9.3	11.6
1,2,4-三氯苯	10.0	33.3	26.2	21.2	24.4	11.9	29.3	24.4
1,2,3-三氯苯	10.0	37.7	34.7	28.6	31.6	22.9	41.4	32.8
1,2,3,5-四氯苯	10.0	41.7	42.5	40.4	37.9	39.3	47.6	41.6
1,2,4,5-四氯苯	10.0	44.8	45.6	43.2	40.8	42.3	51.6	44.7
1,2,3,4-四氯苯	10.0	41.0	42.6	40.5	38.5	39.9	47.5	41.7

表 11.8 氯苯类化合物在不同吸附剂上性能试验结果汇总

吸附剂 化合物	回收率测定均值 (%)						
	活性炭	XAD-2	弗罗里 硅土	Tenax TA	GDX-103	GDX-502	硅胶
氯苯	97.5	86.4	<0.5	45.4	106	102	<0.5
2-氯甲苯	94.3	48.5	1.8	35.8	95.1	87.0	<0.5
3-氯甲苯	95.0	49.1	1.8	35.7	97.0	94.0	<0.5
4-氯甲苯	98.1	48.7	2.9	37.4	93.7	82.9	<0.5
1,3-二氯苯	91.6	74.8	2.4	42.1	96.8	89.5	<0.5
1,4-二氯苯	89.4	48.3	2.8	37.4	98.5	96.4	<0.5
1,2-二氯苯	86.4	49.5	2.8	37.3	100	94.1	<0.5
1,3,5-三氯苯	86.8	49.8	11.6	37.2	97.6	101	<0.5
1,2,4-三氯苯	77.7	49.8	24.4	37.3	98.3	98.6	<0.5
1,2,3-三氯苯	70.8	48.5	32.8	36.3	100	96.8	<0.5
1,2,3,5-四氯苯	65.1	49.0	41.6	33.9	104	108	<0.5
1,2,4,5-四氯苯	64.4	50.3	44.7	37.4	97.7	102	<0.5
1,2,3,4-四氯苯	51.9	49.4	41.7	35.1	98.5	99.2	<0.5

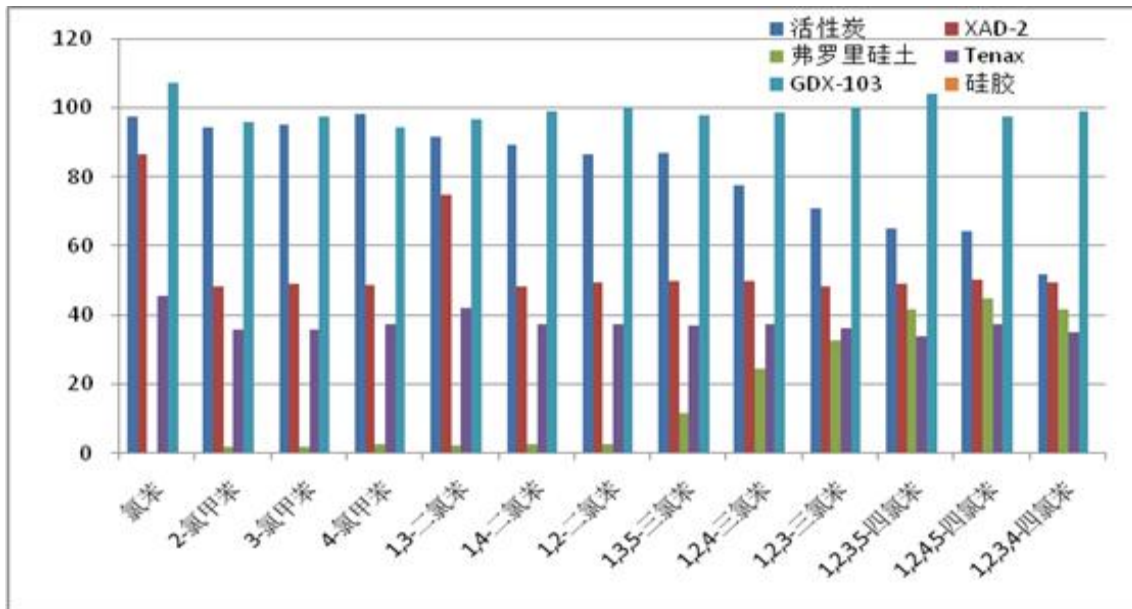


图7 氯苯类化合物在不同吸附剂上性能（以回收率表示）

从以上各吸附剂加标回收率实验结果可以看出，当选择二硫化碳作为解吸溶剂时，目前环境监测实践中广泛使用的活性炭吸附剂对氯苯类混合物各组分除四氯苯回收率稍低外，均具有较为高效、稳定的吸附解吸效能；在 XAD-2 树脂上除氯苯、1,3-二氯苯回收率较高外，

其它各组分的回收率大多在 50%左右，Tenax TA 材料上氯苯类化合物各组分的回收率基本在 35%~45%之间，弗罗里硅土对氯苯类化合物吸附性能则表现出随含氯原子数增加而增强的特征，不过最大回收率也只有约 45%，硅胶吸附剂则对氯苯类化合物各组分几乎没有吸附效能，高分子多孔小球型吸附剂 GDX-103、GDX-502 对本标准方法所研究的氯苯类化合物均具有较好的吸附解吸效能。因此本标准方法中选用活性炭/GDX 系列吸附剂作为采集大气中氯苯类化合物的富集材料。

5.6.3 解吸溶剂的选择

HJ/T 39-1999、HJ/T 66-2001 修订内容：HJ/T 39-1999 中选用无水乙醇作为 GDX 吸附剂所采集的氯苯类化合物的解吸溶剂，HJ/T 66-2001 则以二硫化碳作为解吸溶剂。标准编制组研究了实验室常用有机试剂二硫化碳、甲醇、正己烷、苯、乙腈、丙酮等作为活性炭吸附-气相色谱法测定氯苯类化合物解吸溶剂时的解吸性能，并对经甲醇、正己烷解吸后的活性炭样品进行了二硫化碳再解吸试验。此外，还考察了二硫化碳、乙醇溶剂对富集于 GDX-103 吸附剂上的氯苯类化合物各组分的解吸效能，最后确定选择二硫化碳作为本标准的解吸溶剂。

具体试验方法如下：取 6 组×6 支活性炭采样管，以 10 μ l 微量进样器分别加入浓度为 1000 μ g/ml 的含 13 种氯苯类标准溶液 10 μ l（即 10 μ g），静置平衡 40min 后，采样管连接于大气采样仪上以 0.5ml/min 流速模拟采样 40min。然后将采样管中活性炭转移至 5ml 带塞试管中，以 1.00ml 二硫化碳、甲醇、正己烷或苯等解吸溶剂解吸，考察各溶剂对氯苯类化合物的解吸效率。同时，编制组对甲醇、正己烷解吸后样品进行了二硫化碳再解吸试验，验证不同溶剂对活性炭上氯苯类化合物的解吸能力。不同解吸溶剂对吸附于活性炭中的氯苯类化合物解吸效率（以加标回收率表示）测试结果见表 12.1~表 12.6。

此外，标准编制组还通过在 GDX-103 吸附剂采样管中定量加入氯苯类化合物，经模拟采样后分别使用二硫化碳、乙醇溶剂解吸后测定各组分回收率的方法，考察了二硫化碳、乙醇溶剂对富集于 GDX-103 吸附剂上的氯苯类化合物各组分的解吸效能，并与其在活性炭吸附剂上的解吸情况进行了比较，测定结果见表 12.7。

表 12.1 二硫化碳对氯苯类化合物解吸效率测试

化合物名称	加标量 (μg)	二硫化碳解吸效率 (%)						
		1	2	3	4	5	6	均值
氯苯	10.0	98.8	99.6	100	99.2	102	98.4	99.7
2-氯甲苯	10.0	93.4	94.9	94.8	94.1	97.4	92.4	94.5
3-氯甲苯	10.0	96.2	98.8	98.4	97.6	101	95.8	98.0
4-氯甲苯	10.0	94.7	96.5	96.1	95.8	98.4	93.5	95.8
1,3-二氯苯	10.0	91.0	92.3	92.2	91.6	94.8	89.8	92.0
1,4-二氯苯	10.0	88.6	89.6	89.6	89.0	92.4	87.4	89.4
1,2-二氯苯	10.0	85.0	85.6	95.4	85.2	88.4	83.4	87.2
1,3,5-三氯苯	10.0	86.3	86.9	87.0	86.2	89.8	84.8	86.8
1,2,4-三氯苯	10.0	77.2	76.4	76.4	76.4	80.0	75.0	76.9
1,2,3-三氯苯	10.0	69.2	68.0	68.0	68.2	71.6	66.4	68.6
1,2,3,5-四氯苯	10.0	64.9	62.2	63.2	63.2	66.4	61.0	63.5
1,2,4,5-四氯苯	10.0	65.0	61.6	63.1	63.3	66.6	61.0	63.4
1,2,3,4-四氯苯	10.0	50.6	47.0	48.2	48.8	51.5	46.9	48.8

表 12.2 正己烷对氯苯类化合物解吸及二硫化碳再解吸效率测试

化合物名称	加标量 (μg)	正己烷解吸效率 (%)						
		1	2	3	4	5	6	均值
氯苯	10.0	2.7	2.8	2.9	2.9	2.7	2.8	2.8
2-氯甲苯	10.0	1.9	2.0	2.1	2.1	2.0	2.1	2.0
3-氯甲苯	10.0	2.7	2.9	3.1	2.9	2.8	2.9	2.9
4-氯甲苯	10.0	1.9	1.9	2.2	2.0	2.0	2.0	2.0
1,3-二氯苯	10.0	1.1	1.2	1.3	1.4	1.3	1.5	1.3
1,4-二氯苯	10.0	0.8	0.8	0.9	1.0	0.9	1.0	0.9
1,2-二氯苯	10.0	0.8	0.9	0.9	1.0	1.0	1.1	1.0
1,3,5-三氯苯	10.0	0.8	0.8	0.8	1.1	0.8	1.0	0.9
1,2,4-三氯苯	10.0	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	0.5	<0.5
1,2,3-三氯苯	10.0	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5
1,2,3,5-四氯苯	10.0	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5
1,2,4,5-四氯苯	10.0	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5
1,2,3,4-四氯苯	10.0	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5

化合物名称	加标量 (μg)	正己烷解吸后二硫化碳再解吸效率 (%)						
		1	2	3	4	5	6	均值
氯苯	10.0	74.4	69.5	69.0	74.4	74.4	72.0	72.3
2-氯甲苯	10.0	70.2	65.8	64.6	69.5	69.9	67.7	68.0
3-氯甲苯	10.0	71.8	67.0	66.2	71.2	71.6	69.4	69.5
4-氯甲苯	10.0	72.0	67.2	66.0	71.4	71.6	70.0	69.7
1,3-二氯苯	10.0	68.2	63.8	62.8	67.6	67.7	65.2	65.9
1,4-二氯苯	10.0	66.0	62.0	61.2	65.6	65.8	63.4	64.0
1,2-二氯苯	10.0	62.8	59.2	58.4	62.4	62.6	60.1	60.9
1,3,5-三氯苯	10.0	63.8	60.0	59.2	63.0	63.6	61.0	61.8
1,2,4-三氯苯	10.0	55.0	51.8	51.5	53.6	54.7	51.6	53.0
1,2,3-三氯苯	10.0	48.8	46.7	45.5	47.6	48.5	46.0	47.2
1,2,3,5-四氯苯	10.0	45.6	43.6	42.4	43.6	44.8	42.5	43.8
1,2,4,5-四氯苯	10.0	44.4	42.6	41.4	43.0	43.8	41.6	42.8
1,2,3,4-四氯苯	10.0	33.8	32.8	31.8	32.5	33.4	31.7	32.7

表 12.3 甲醇对氯苯类化合物解吸及二硫化碳再解吸效率测试

化合物名称	加标量 (μg)	甲醇解吸效率 (%)						
		1	2	3	4	5	6	均值
氯苯	10.0	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	0.5	<0.5
2-氯甲苯	10.0	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5
3-氯甲苯	10.0	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5
4-氯甲苯	10.0	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5
1,3-二氯苯	10.0	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5
1,4-二氯苯	10.0	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	0.5	<0.5
1,2-二氯苯	10.0	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5
1,3,5-三氯苯	10.0	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5
1,2,4-三氯苯	10.0	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5
1,2,3-三氯苯	10.0	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5
1,2,3,5-四氯苯	10.0	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5
1,2,4,5-四氯苯	10.0	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5
1,2,3,4-四氯苯	10.0	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5

化合物名称	加标量 (μg)	甲醇解吸后二硫化碳再解吸效率 (%)						
		1	2	3	4	5	6	均值
氯苯	10.0	84.5	87.6	86.2	103	101	105	94.6
2-氯甲苯	10.0	83.6	86.0	84.4	101	100	104	93.2
3-氯甲苯	10.0	85.0	88.6	86.6	85.9	85.0	88.6	86.6
4-氯甲苯	10.0	84.6	87.6	85.6	103	101	106	94.6
1,3-二氯苯	10.0	81.1	83.1	82.1	98.0	97.2	100	90.3
1,4-二氯苯	10.0	78.7	80.3	79.6	95.0	94.3	97.4	87.6
1,2-二氯苯	10.0	75.0	76.2	76.2	90.5	90.0	92.2	83.4
1,3,5-三氯苯	10.0	79.8	79.4	79.8	95.5	94.9	99.2	88.1
1,2,4-三氯苯	10.0	70.6	69.3	70.4	84.4	84.4	86.8	77.7
1,2,3-三氯苯	10.0	64.2	62.0	64.8	76.3	76.9	77.4	70.3
1,2,3,5-四氯苯	10.0	59.8	56.0	59.8	70.4	70.2	70.8	64.5
1,2,4,5-四氯苯	10.0	61.0	57.2	61.0	72.6	71.6	72.2	65.9
1,2,3,4-四氯苯	10.0	48.0	44.1	48.8	56.6	57.0	56.0	51.8

表 12.4 苯溶剂对氯苯类化合物解吸效率测试

化合物名称	加标量 (μg)	苯解吸效率 (%)						
		1	2	3	4	5	6	均值
氯苯	10.0	92.9	89.0	93.6	86.0	90.5	88.1	90.0
2-氯甲苯	10.0	82.5	78.2	81.6	76.6	81.0	76.8	79.5
3-氯甲苯	10.0	82.7	78.8	82.4	77.2	81.9	77.6	80.1
4-氯甲苯	10.0	79.0	74.8	77.7	73.4	77.6	73.4	76.0
1,3-二氯苯	10.0	74.4	70.2	73.2	69.2	73.2	68.4	71.4
1,4-二氯苯	10.0	76.2	72.0	75.2	70.9	75.0	70.2	73.3
1,2-二氯苯	10.0	73.9	69.5	72.8	68.8	72.8	67.8	70.9
1,3,5-三氯苯	10.0	50.7	47.1	48.1	46.8	50.0	44.0	47.8
1,2,4-三氯苯	10.0	50.4	46.4	48.4	46.5	49.9	43.7	47.6
1,2,3-三氯苯	10.0	48.0	44.1	45.4	44.2	47.5	41.2	45.1
1,2,3,5-四氯苯	10.0	27.0	24.2	23.6	23.6	26.3	21.4	24.4
1,2,4,5-四氯苯	10.0	29.2	25.8	25.6	26.0	28.5	23.5	26.4
1,2,3,4-四氯苯	10.0	24.8	22.6	21.4	22.2	24.2	19.8	22.5

表 12.5 丙酮溶剂对氯苯类化合物解吸效率测试

化合物名称	加标量 (μg)	丙酮解吸效率 (%)						
		1	2	3	4	5	6	均值
氯苯	10.0	12.3	9.2	9.6	11.2	7.2	7.4	9.5
2-氯甲苯	10.0	5.3	3.4	3.6	4.3	2.5	2.9	3.7
3-氯甲苯	10.0	9.2	6.8	7.0	8.0	4.9	5.2	6.9
4-氯甲苯	10.0	7.0	5.0	5.2	6.0	3.6	3.9	5.1
1,3-二氯苯	10.0	4.0	2.4	2.7	3.3	1.9	2.2	2.8
1,4-二氯苯	10.0	3.3	2.2	2.2	2.6	1.5	1.8	2.3
1,2-二氯苯	10.0	3.6	2.1	2.2	2.8	1.6	1.7	2.3
1,3,5-三氯苯	10.0	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5
1,2,4-三氯苯	10.0	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5
1,2,3-三氯苯	10.0	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5
1,2,3,5-四氯苯	10.0	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5
1,2,4,5-四氯苯	10.0	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5
1,2,3,4-四氯苯	10.0	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5

表 12.6 乙腈溶剂对氯苯类化合物解吸效率测试

化合物名称	加标量 (μg)	乙腈解吸效率 (%)						
		1	2	3	4	5	6	均值
氯苯	10.0	5.1	5.1	6.3	10.1	10.1	9.0	7.6
2-氯甲苯	/	/	/	/	/	/	/	/
3-氯甲苯	10.0	4.6	4.5	5.1	8.6	8.7	3.1	5.8
4-氯甲苯	/	/	/	/	/	/	/	/
1,3-二氯苯	10.0	3.6	3.6	3.9	7.1	7.1	8.5	5.6
1,4-二氯苯	10.0	3.4	3.4	3.6	8.1	8.4	8.1	5.8
1,2-二氯苯	10.0	3.9	3.9	4.5	7.7	7.7	8.6	6.1
1,3,5-三氯苯	10.0	5.9	5.9	3.8	2.7	2.7	1.5	3.8
1,2,4-三氯苯	10.0	3.6	3.5	2.3	4.0	3.9	5.5	3.8
1,2,3-三氯苯	10.0	3.7	3.7	2.4	3.7	3.7	5.0	3.7
1,2,3,5-四氯苯	10.0	5.5	5.1	1.6	1.9	1.9	2.8	3.1
1,2,4,5-四氯苯	10.0	6.8	6.5	1.8	2.5	2.3	3.6	3.9
1,2,3,4-四氯苯	10.0	5.8	5.5	1.1	1.6	1.6	2.4	3.0

表 12.7 不同溶剂对活性炭、GDX 系列吸附剂解吸性能的比较

化合物	活性炭 (%)		GDX-103 (%)	
	二硫化碳	甲醇	二硫化碳	乙醇
氯苯	97.5	<0.5	106	<0.5
2-氯甲苯	94.3	<0.5	95.1	40.1
3-氯甲苯	95.0	<0.5	97.0	42.6
4-氯甲苯	98.1	<0.5	93.7	43.5
1,3-二氯苯	91.6	<0.5	96.8	49.7
1,4-二氯苯	89.4	<0.5	98.5	62.2
1,2-二氯苯	86.4	<0.5	100	56.4
1,3,5-三氯苯	86.8	<0.5	97.6	51.9
1,2,4-三氯苯	77.7	<0.5	98.3	54.4
1,2,3-三氯苯	70.8	<0.5	100	56.3
1,2,3,5-四氯苯	65.1	<0.5	104	61.1
1,2,4,5-四氯苯	64.4	<0.5	97.7	49.2
1,2,3,4-四氯苯	51.9	<0.5	98.5	60.2

综述以上测试结果可见，甲醇、正己烷、丙酮、乙腈等实验室常用有机溶剂对富集于活性炭上的氯苯类化合物解吸效率基本不足 10%，有的甚至完全没有解吸效率；表 12.7 测定结果也证实了乙醇对采集于 GDX-103 高分子多孔小球型吸附剂上的氯苯几无解吸能力，对其它氯苯类化合物的解吸效率也只在 40~62%；而选择二硫化碳作为富集于活性炭吸附剂上目标化合物解吸溶剂时，除四氯苯回收率稍低外，均具有较为高效、稳定的吸附解吸效能，二硫化碳对采集于 GDX-103 吸附剂上的氯苯类化合物也具有良好解吸效能。

依据以上实验结果，本标准方法中选择了二硫化碳作为活性炭或 GDX-103 吸附剂富集大气中氯苯类化合物的解吸溶剂。

5.7 仪器和设备

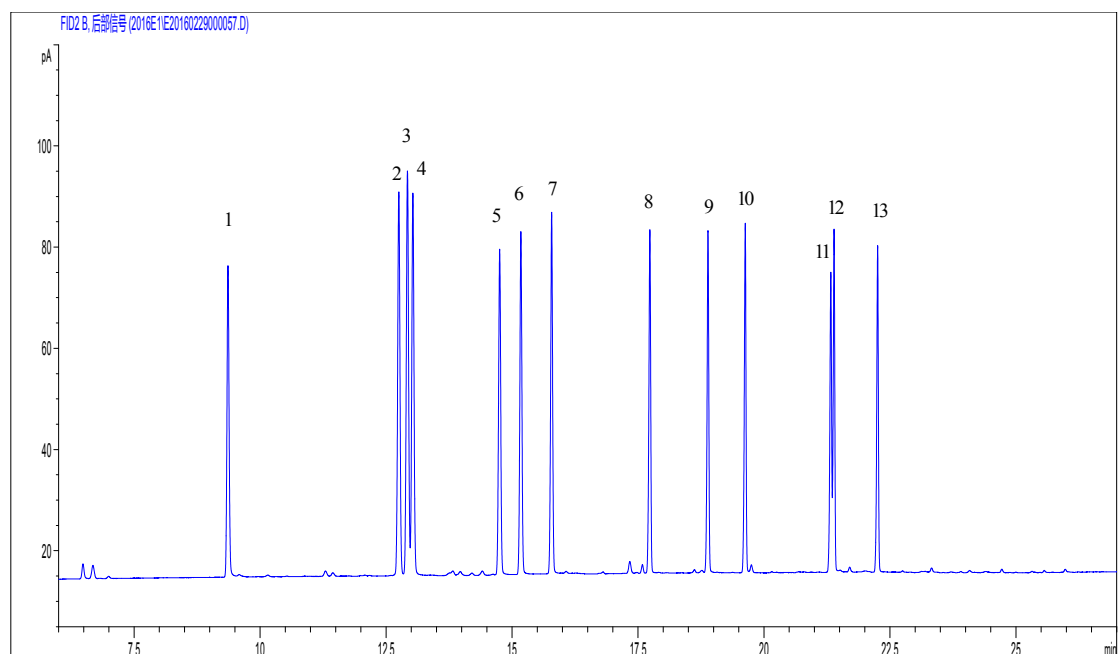
5.7.1 气相色谱仪

HJ/T 39-1999、HJ/T 66-2001 修订内容：随着现代科学技术的发展，色谱数据处理工作已完全由色谱数据工作站承担，且技术也日臻成熟，故取消了原标准中“与色谱仪相匹配的记录仪”的表述，分析仪器依然选用带氢火焰离子化检测器 FID 的气相色谱仪，配备液体自动进样器则更佳。

5.7.2 色谱柱

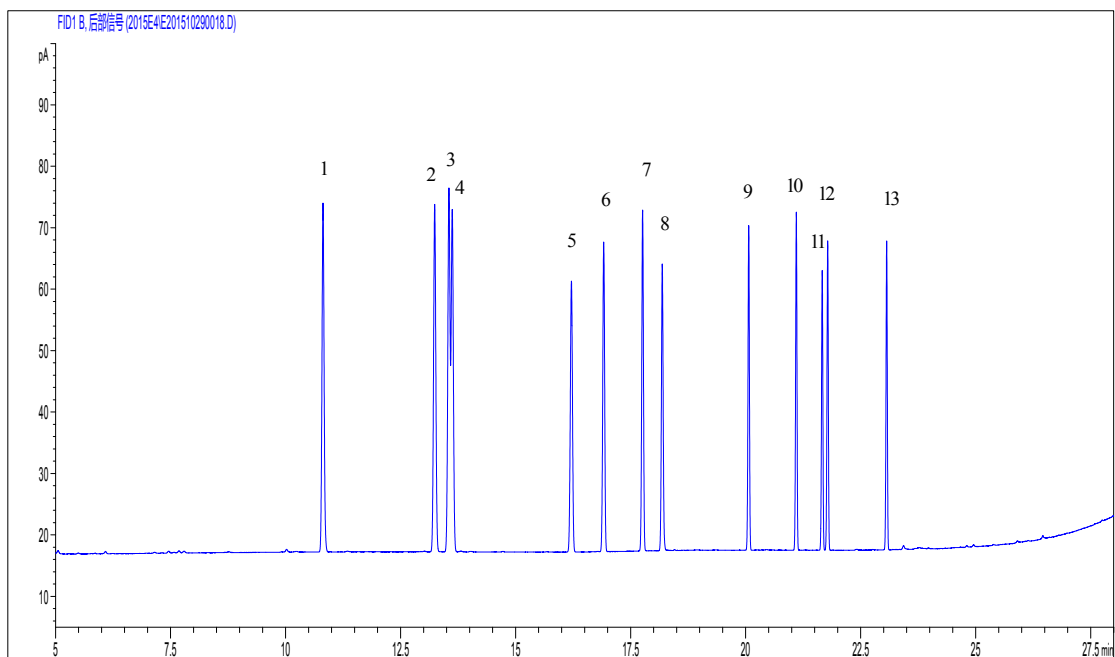
HJ/T 39-1999、HJ/T 66-2001 修订内容: 对于组成复杂的混合物的分离分析, HJ/T 66-2001 中所使用的经典填充色谱柱已难以满足需求, 有被分离效能更佳的毛细管色谱柱所替代的趋势, 试验结果证明 HJ/T 39-1999 中所使用的 DB-1701 或 DB-1 毛细管色谱柱也非本标准所确定目标化合物的最佳毛细管色谱柱。

编制组对本标准方法可选用的常规毛细管色谱柱性能进行了研究, 分别选取了非极性柱 DB-1 (30m × 320μm × 0.25μm)、弱极性柱 DB-5 (30m × 320μm × 0.25μm)、中等极性柱 DB-35MS (30m × 320μm × 0.25μm) 和 DB-1701 (30m × 320μm × 0.25μm)、极性柱 HP-INNOWAX (30m × 320μm × 0.25μm) 对氯苯类混合物的分离分析情况进行测定, 如图 9~图 13 所示。



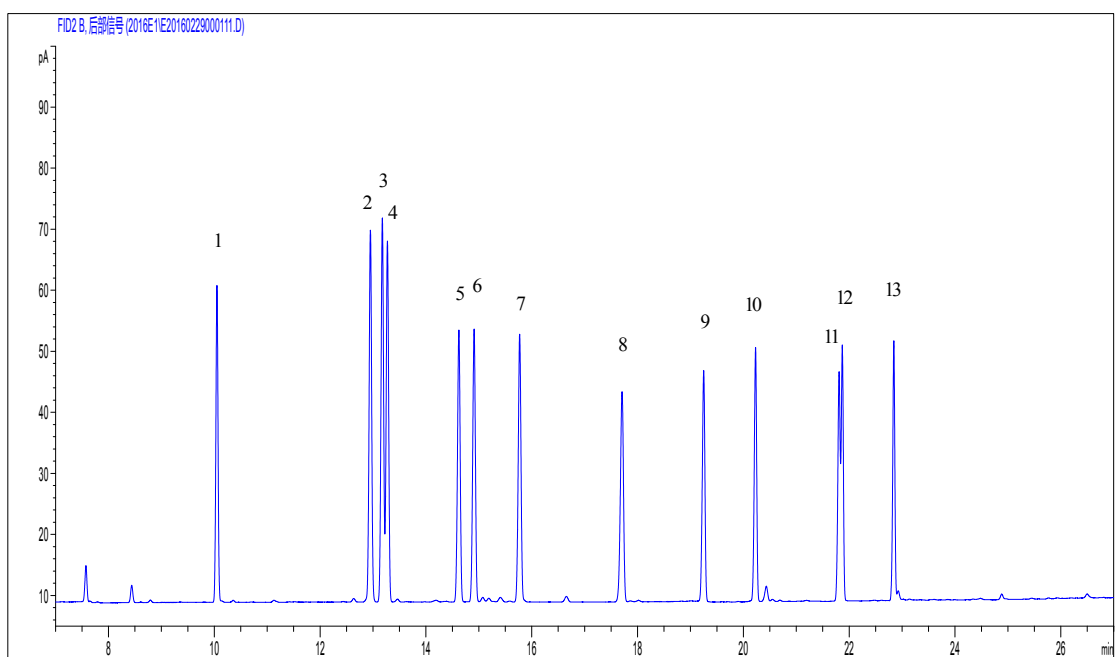
1. 氯苯 2. 2-氯甲苯 3. 3-氯甲苯 4. 4-氯甲苯 5. 1,3-二氯苯
6. 1,4-二氯苯 7. 1,2-二氯苯 8. 1,3,5-三氯苯 9. 1,2,4-三氯苯
10. 1,2,3-三氯苯 11. 1,2,3,5-四氯苯 12. 1,2,4,5-四氯苯 13. 1,2,3,4-四氯苯

图 9 氯苯类化合物在 DB-35MS 柱上色谱图



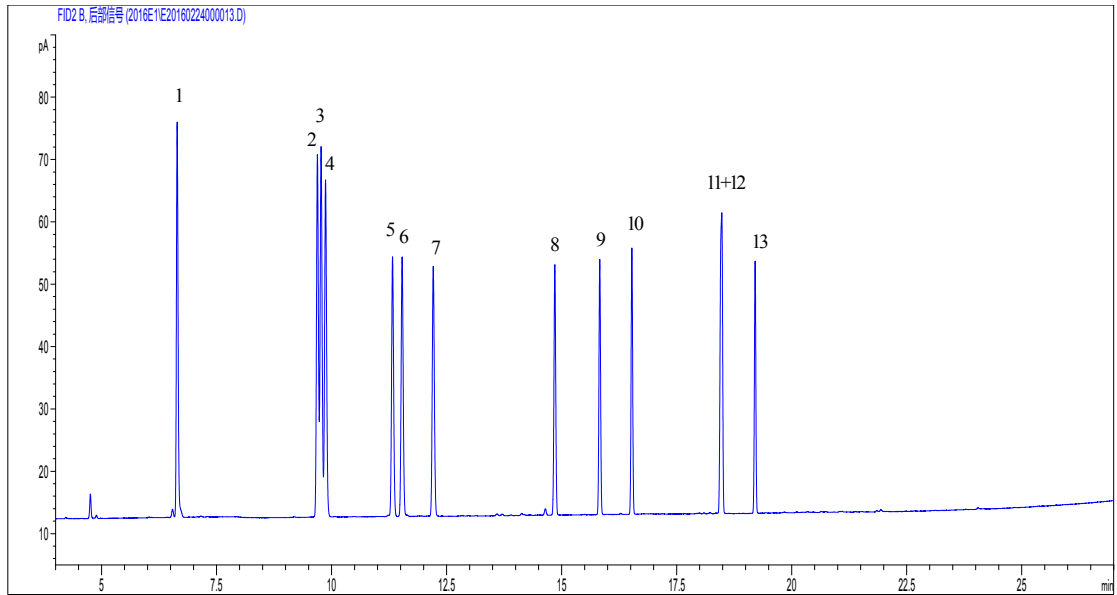
1. 氯苯 2. 2-氯甲苯 3. 3-氯甲苯 4. 4-氯甲苯 5. 1,3-二氯苯
 6. 1,4-二氯苯 7. 1,2-二氯苯 8. 1,3,5-三氯苯 9. 1,2,4-三氯苯
 10. 1,2,3-三氯苯 11. 1,2,3,5-四氯苯 12. 1,2,4,5-四氯苯 13. 1,2,3,4-四氯苯

图 10 氯苯类化合物在 HP-INNWAX 柱上色谱图



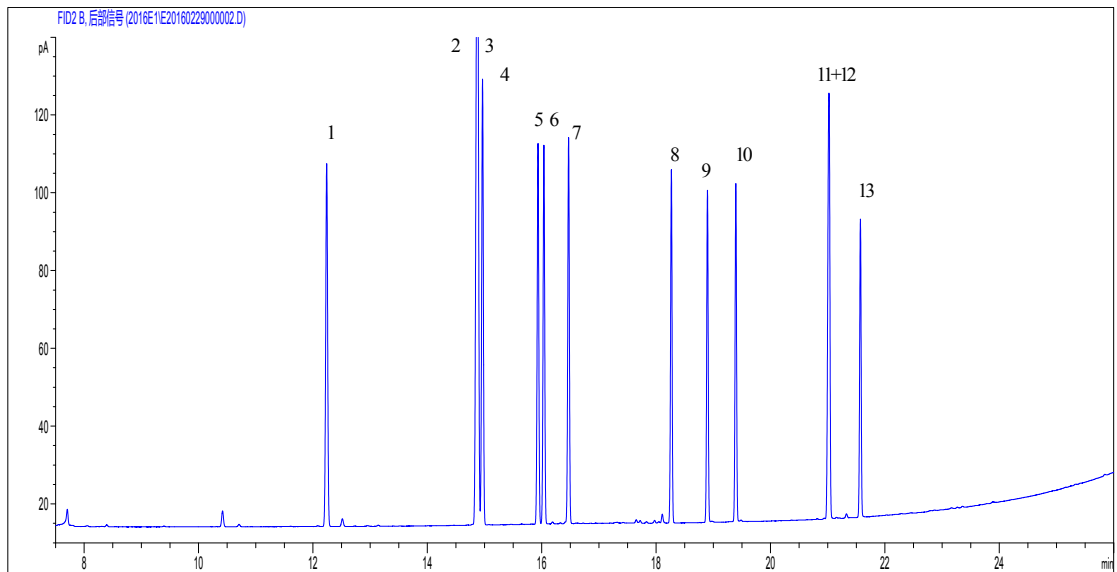
1. 氯苯 2. 2-氯甲苯 3. 3-氯甲苯 4. 4-氯甲苯 5. 1,3-二氯苯
 6. 1,4-二氯苯 7. 1,2-二氯苯 8. 1,3,5-三氯苯 9. 1,2,4-三氯苯
 10. 1,2,3-三氯苯 11. 1,2,3,5-四氯苯 12. 1,2,4,5-四氯苯 13. 1,2,3,4-四氯苯

图 11 氯苯类化合物在 DB-1701 柱上色谱图



1. 氯苯 2. 2-氯甲苯 3. 3-氯甲苯 4. 4-氯甲苯 5. 1,3-二氯苯
 6. 1,4-二氯苯 7. 1,2-二氯苯 8. 1,3,5-三氯苯 9. 1,2,4-三氯苯
 10. 1,2,3-三氯苯 11+12. 1,2,3,5-四氯苯+1,2,4,5-四氯苯 13. 1,2,3,4-四氯苯

图12 氯苯类化合物在DB-5柱上色谱图

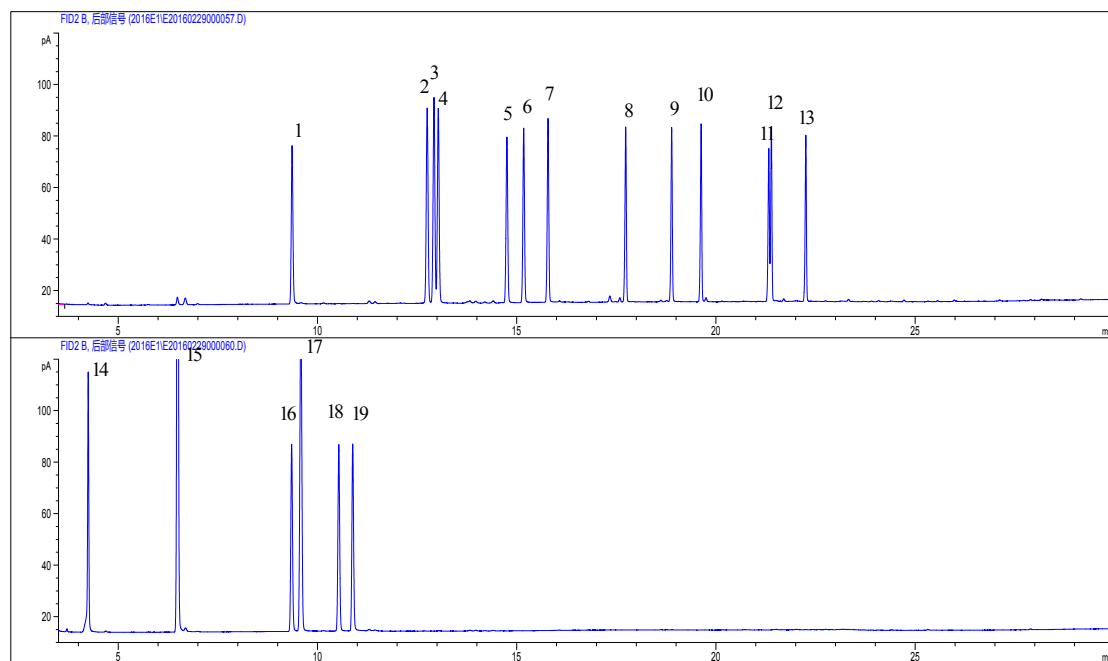


1. 氯苯 2. 2-氯甲苯 3. 3-氯甲苯 4. 4-氯甲苯 5. 1,3-二氯苯
 6. 1,4-二氯苯 7. 1,2-二氯苯 8. 1,3,5-三氯苯 9. 1,2,4-三氯苯
 10. 1,2,3-三氯苯 11+12. 1,2,3,5-四氯苯+1,2,4,5-四氯苯 13. 1,2,3,4-四氯苯

图13 氯苯类化合物在DB-1柱上色谱图

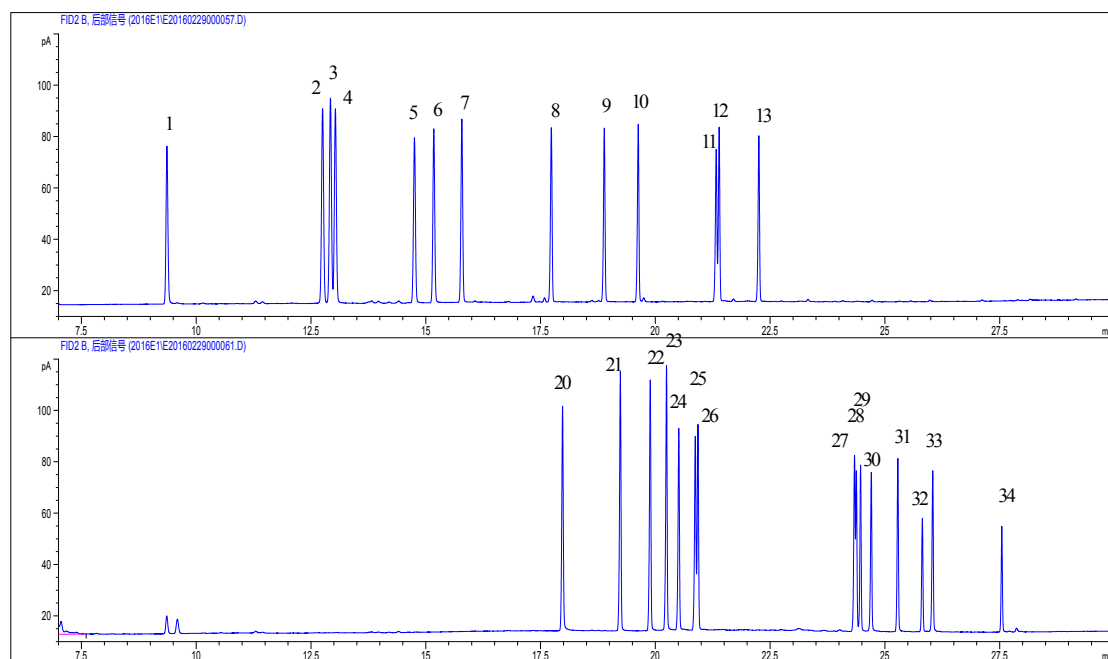
根据标准修订组查阅的相关文献资料,以及对大气环境空气及污染源废气样品中可能与氯苯类化合物共存且可能干扰其检测物质进行的调查,其主要干扰物可能有苯系物和/或硝

基苯类化合物，当选用中等极性 DB-35MS 作为色谱分离柱在上述气相色谱分析条件下测定时，这些物质基本不影响氯苯类化合物的测定，如图 14、图 15 所示。



14. 苯 15. 甲苯 16. 乙苯 17. 对二甲苯+间二甲苯 18. 邻二甲苯 19. 苯乙烯

图 14 苯系物在DB-35MS柱上与氯苯类化合物色谱图的对比



20. 硝基苯 21. 2-硝基苯 22. 3-硝基苯 23. 4-硝基苯 24. 3-氯硝基苯 25. 4-氯硝基苯
26. 2-氯硝基苯 27. 2,6-二硝基甲苯 28. 1,4-二硝基苯 29. 1,3-二硝基苯 30. 1,2-二硝基苯
31. 2,4-二硝基甲苯 32. 2,4-二硝基氯苯 33. 3,4-二硝基甲苯 34. 2,4,6-三硝基甲苯 TNT

图 15 硝基苯类化合物在 DB-35MS 柱上与氯苯类化合物色谱图的对比

以上气相色谱图可以看出，在中等极性 DB-35MS 柱上 3 个氯甲苯能实现完全分离，1,2,4,5-四氯苯和 1,2,3,4-四氯苯两组分分离效果稍差，但在所选气相色谱分析条件下可能共存的苯系物、硝基苯类化合物基本上不对氯苯类化合物的分析产生影响；强极性 HP-INNOWAX 柱上 1,2,4,5-四氯苯和 1,2,3,4-四氯苯两组分能实现基线分离但 3-氯甲苯和 4-氯甲苯分离效果会随柱效的降低快速降低，DB-1701 柱的分离效果类似于 DB-35MS 柱；而在弱极性 DB-1、DB-5 色谱柱上 1,2,4,5-四氯苯和 1,2,3,4-四氯苯两组分完全不能分离。

综合考虑各方面因素，本标准方法中选择了中等极性 DB-35MS 柱作为氯苯类化合物的色谱分离柱，以强极性 HP-INNOWAX 柱作为备选柱。优化的气相色谱分离分析条件见 5.9.1。

5.7.3 采样装置

5.7.3.1 大气采样仪

HJ/T 39-1999、HJ/T 66-2001 修订内容：当前环境监测实践中所使用的大气采样装置一般已是集抽气泵与流量计量装置于一体的大气综合采样系统，采样装置符合《固定污染源排气中颗粒物测定与气态污染物采样方法》（GB/T 16297）有关要求，采样前应对大气采样器流量进行校准（校准方法按照 HJ/T 194 和 HJ 375 中的规定执行），在现场采样前应检查采样系统的气密性。

目前市场上商品化的大气采样仪均已能满足上述规范的要求，其相关质量控制措施可在相关的环境监测实践中得到严格执行。

5.7.3.2 烟气采样器

烟气采样器的性能应满足 GB/T 16157、HJ/T 47 和 HJ/T 397 的要求，流量范围 0.1 L/min~2.0L/min，精度为 0.1 L/min，最好采用具有恒定质量流量控制的采样器。废气采样系统应具备加热和保温功能，采样管为硬质玻璃或氟树脂材料。

采样前应对烟气采样器流量进行校准（校准方法按照 HJ/T 194 和 HJ/T 47 的规定执行），在现场采样前应检查采样系统的气密性，目前市场上商品化的烟气采样仪均已能满足上述规范的要求。

5.7.3.3 采样枪

可采用不锈钢、硬质玻璃或氟树脂材质的采样管，必要时可加热并保持在 120℃。

5.7.3.4 除湿装置

经查阅相关文献资料和调研，活性炭采样管一般在湿度为 60%以下时其采集效率受湿度的影响不大，GDX-103 作为一种疏水性吸附剂，其吸附效率与湿度也几乎无关，本标准试验数据也证明了这一点。

废气样品除湿技术是有组织污染源废气采样、监测的难点技术之一，如何高效地去除废气中的水分，又不影响待测目标化合物的测定，是目前环境监测实践面临的一个共同问题。当前主要的气态样品采集除湿技术有以下几种方式：

（1）冷却降温除湿

①压缩机冷却器：采用双级冷凝除湿效果良好、启动快，但为防止结冰冷凝水的温度不能低于-1.67℃，需蠕动泵排水。

②半导体冷凝器：外形尺寸小、维修方便、能耗低、使用寿命长，主要问题是制冷效率低，需强迫风散热而使得使用环境受限，会出现除湿能力不足、气路冷凝严重等问题。

（2）干燥剂吸收

①CaCl₂：适于含烷烃、烯烃等样品的采集，不足之处是吸附容量有限，需人工更换，不适合于醇、酮等；

②P₂O₅：适于烷烃、卤代烃等样品的采集，不适合于碱、酮类化合物；

③硅胶：适于低碳有机物样品的采集、可再生，同样存在吸附容量有限，需人工更换的问题；

④分子筛：适于裂解气等样品的采集、可再生，但吸附容量有限，需人工更换且吸附极性强的组分。

（3）Nafion 管除湿技术

Nafion 管是一种利用管内外的湿度差、采用气态膜式除湿先进技术，能气态除湿并保持大多数待测样气组分不流失，适于高湿、低浓度样品无机气体和大部分有机气体（非极性气体如烃类、卤代烃、非水溶性酯醛等）除湿，但工作时需要干燥、洁净、连续的反吹气（氮气或空气）在 Nafion 管的另一侧反吹，流量为湿样气流量的 2 倍；

美国 EPA TO-14A VOC 监测推荐使用 Nafion 干燥管，目前已有商品化仪器设备，例美国博纯 GASS-35 便携式烟气处理系统，售价 20 多万元，重量 10 kg 多，还难以在污染源废气监测和基层环境监测实验室推广使用。

（4）稀释取样技术

使用无目标检测气体的零气稀释样品气，稀释至混合气低露点条件下取样。国内使用较少，其关键部件为稀释探头、低量程分析仪和零气发生装置，成本和运行费用均较高。

综合上述各种样品废气除湿技术特点，在日常环境监测实践中可以根据污染源废气和实验室装备实际情况，参照《固定污染源排气中颗粒物测定与气态污染物采样方法》（GB/T

16157) 的要求, 选用自然空气冷却、强制空气冷却或水冷却装置, 有条件实验室也可选用 Nafion 干燥管超低露点除湿装置。

5.8 样品

HJ/T 39-1999、HJ/T 66-2001 修订内容: 采样装置要求参见 5.7.3, 监测技术规范参考 HJ/T 55 和 HJ/T 397, 样品的采集吸附材料除原标准方法中使用的 GDX-103、GDX-502 外, 增加了当前环境监测实践中应用更广泛且价廉物美的活性炭采样管。考察了采样流量和采样时间对氯苯类化合物在所选吸附剂材料上性能的影响, 讨论了实验室常见解吸溶剂的解吸性能, 将 HJ/T 66-2001 中样品预处理时的溶剂淋洗解吸修订为采用溶剂浸泡解吸的方式, 增加了空白样品的制备方法, 规定了样品的保存条件和保存期限, 经验证采集样品后的吸附管保存期限由 HJ/T 39-1999 中室温保存 2 天、HJ/T 66-2001 中室温保存 10 天, 确认为冰箱 4℃ 冷藏保存 7 天。

无组织排放样品采集的点位布设、采样时间和频次、采样系统及采样方法按现行 GB/T 16157 执行, 与原标准无变化。

5.8.1 采样流量的选择

HJ/T 39-1999、HJ/T 66-2001 修订内容: HJ/T 39-1999 中由于采集样品量较大 (100~200L), 选用了 2.0~3.0L/min 的采样速率, HJ/T 66-2001 中则选用 0.5~1.0 L/min 的采样流量采气 10~20 L。标准修订时, 编制组对不同采样流量对活性炭采集测定大气中氯苯类化合物的影响进行了考察, 根据实验结果可将采样流量选择在 0.5L/min。

实验方法如下: 以活性炭吸附剂为例, 取 3 组×6 支活性炭采样管, 以 10 μ l 微量进样器各注入浓度为 1000 μ g/ml 的含 13 种氯苯类标准溶液 10 μ l (即 10 μ g), 静置平衡 40min 后将采样管连接于大气采样器上分别以 0.2L/min、0.5L/min、1.0L/min 流量模拟大气采样 40 min。样品采集完毕密封采样管两端带回实验室, 将其中吸附剂转移至 5ml 带塞试管中, 加 1.00 ml 二硫化碳超声解析 3 min 再静置 30 min 后, 进气相色谱分析。氯苯类化合物在不同采样流速下测试结果见表 13.1~13.3 (以加标回收率表示)。

表 13.1 采样流量影响测试结果（一）

化合物名称	加标量 (μg)	采样流量 0.2L/min						
		1	2	3	4	5	6	均值
氯苯	10.0	102	107	101	96.4	92.1	98.0	99.4
2-氯甲苯	10.0	100	105	98.9	95.6	90.5	95.7	97.6
3-氯甲苯	10.0	107	111	110	104	107	113	109
4-氯甲苯	10.0	93.6	96.9	92.2	90.7	80.5	85.5	89.9
1,3-二氯苯	10.0	96.4	101	95.4	92.1	87.3	92.1	94.1
1,4-二氯苯	10.0	93.9	99.4	93.0	92.5	85.4	89.9	92.4
1,2-二氯苯	10.0	90.1	95.6	89.4	86.8	82.3	86.6	88.5
1,3,5-三氯苯	10.0	90.0	95.4	89.5	86.5	82.4	85.9	88.3
1,2,4-三氯苯	10.0	81.9	87.7	81.2	78.8	75.2	78.6	80.6
1,2,3-三氯苯	10.0	73.2	79.3	72.9	70.9	68.0	70.8	72.5
1,2,3,5-四氯苯	10.0	60.6	65.8	59.7	58.7	56.1	58.3	59.9
1,2,4,5-四氯苯	10.0	71.0	76.7	70.1	69.0	65.4	68.8	70.2
1,2,3,4-四氯苯	10.0	54.0	59.3	54.2	52.3	51.1	52.6	53.9

表 13.2 采样流量影响测试结果（二）

化合物名称	加标量 (μg)	采样流量 0.5L/min						
		1	2	3	4	5	6	均值
氯苯	10.0	110	97.0	104	99.6	93.5	91.6	99.3
2-氯甲苯	10.0	109	96.8	102	98.9	92.6	91.1	98.4
3-氯甲苯	10.0	117	109	122	123	111	108	115
4-氯甲苯	10.0	99.1	88.9	89.3	84.6	81.7	80.9	87.4
1,3-二氯苯	10.0	105	93.2	98.0	95.3	89.1	87.8	94.7
1,4-二氯苯	10.0	102	90.8	95.6	92.8	86.7	85.5	92.2
1,2-二氯苯	10.0	98.6	87.6	92.2	89.8	84.4	83.0	89.3
1,3,5-三氯苯	10.0	98.7	87.7	92.3	90.3	83.8	82.8	89.3
1,2,4-三氯苯	10.0	88.9	79.8	83.3	81.6	74.8	74.2	80.4
1,2,3-三氯苯	10.0	80.0	72.1	75.1	74.1	67.9	69.2	73.1
1,2,3,5-四氯苯	10.0	66.7	60.6	61.7	61.5	56.5	57.2	60.7
1,2,4,5-四氯苯	10.0	76.0	69.6	72.2	71.9	65.5	65.9	70.2
1,2,3,4-四氯苯	10.0	58.7	54.2	55.4	56.4	50.6	51.0	54.4

表 13.3 采样流量影响测试结果（三）

化合物名称	加标量 (μg)	采样流量 1.0L/min						
		1	2	3	4	5	6	均值
氯苯	10.0	94.7	102	99.5	88.1	98.6	100	97.2
2-氯甲苯	10.0	94.1	101	97.4	87.0	97.5	97.2	95.7
3-氯甲苯	10.0	114	116	110	95.1	108	105	108
4-氯甲苯	10.0	82.4	91.3	90.1	82.7	91.6	93.6	88.6
1,3-二氯苯	10.0	92.4	97.3	94.2	84.2	94.3	93.7	92.7
1,4-二氯苯	10.0	90.2	94.6	91.8	85.1	95.4	91.0	91.4
1,2-二氯苯	10.0	87.2	91.0	88.4	79.2	89.1	87.1	87.0
1,3,5-三氯苯	10.0	88.0	91.6	89.3	79.8	90.0	87.1	87.6
1,2,4-三氯苯	10.0	80.7	82.6	81.0	72.5	81.5	77.9	79.4
1,2,3-三氯苯	10.0	71.8	74.1	70.6	66.7	71.7	68.5	70.6
1,2,3,5-四氯苯	10.0	57.2	61.2	59.8	53.8	62.2	56.3	58.4
1,2,4,5-四氯苯	10.0	67.3	71.0	71.6	65.0	72.0	66.0	68.8
1,2,3,4-四氯苯	10.0	52.4	54.9	55.0	49.6	55.4	49.9	52.9

表 13.1~13.3 测定结果表明，所选采样流量范围内未对活性炭采集测定大气中氯苯类化合物产生明显的影响。

5.8.2 采样时间的选择

HJ/T 39-1999、HJ/T 66-2001 修订内容：两标准中根据采样量的不同所需的采样时间约 20min 至 1 个多小时，针对采样时长的影响，编制组也对其对活性炭采集测定大气中氯苯类化合物进行了考察。结果表明，在试验范围内的不同采样时间对活性炭采集测定大气中氯苯类化合物无明显的影响。

具体实验方法为：以活性炭吸附剂为例，取 3 组 \times 6 支活性炭采样管，以 10 μl 微量进样器分别注入浓度为 1000 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的 13 种氯苯类标准溶液 10 μl （即 10 μg ），静置平衡 40min 后将采样管连接于大气采样器上分别以 0.5L/min 流量模拟大气采样 40min、60min、90min。将采样管中吸附剂转移至 5ml 带塞试管中，加 1.00ml 二硫化碳超声解析 3 min 再静置 30 min 后，进气相色谱分析。氯苯类化合物在不同的采样时间下测试结果见表 14.1~14.3（以加标回收率表示）。

表 14.1 采样时间影响测试结果（一）

化合物名称	加标量 (μg)	采样时间 40min						
		1	2	3	4	5	6	均值
氯苯	10.0	103	87.9	96.4	95.2	93.5	91.6	94.6
2-氯甲苯	10.0	103	86.0	94.8	94.4	92.6	91.1	93.7
3-氯甲苯	10.0	113	100	106	110	111	109	108
4-氯甲苯	10.0	94.8	77.6	85.4	80.6	81.7	80.9	83.5
1,3-二氯苯	10.0	99.1	82.8	91.2	90.9	89.1	87.8	90.2
1,4-二氯苯	10.0	96.6	80.7	89.0	88.6	86.7	85.5	89.7
1,2-二氯苯	10.0	93.1	77.5	85.8	85.6	84.4	83.0	84.9
1,3,5-三氯苯	10.0	93.2	77.9	86.0	86.0	83.8	82.8	85.0
1,2,4-三氯苯	10.0	84.4	70.6	77.8	78.0	74.8	74.2	76.6
1,2,3-三氯苯	10.0	76.0	64.0	70.2	70.9	67.9	69.2	69.7
1,2,3,5-四氯苯	10.0	63.6	53.6	57.8	59.2	56.5	57.2	58.0
1,2,4,5-四氯苯	10.0	72.8	62.4	67.4	69.0	65.5	65.9	67.2
1,2,3,4-四氯苯	10.0	56.4	48.4	52.0	54.3	50.6	51.0	52.1

表 14.2 采样时间影响测试结果（二）

化合物名称	加标量 (μg)	采样时间 60min						
		1	2	3	4	5	6	均值
氯苯	10.0	90.7	88.7	100	96.5	92.0	96.5	94.1
2-氯甲苯	10.0	88.1	87.2	98.3	94.1	90.7	95.3	92.3
3-氯甲苯	10.0	100	98.3	113	111	104	106	105
4-氯甲苯	10.0	84.0	83.3	92.8	86.4	84.0	89.7	86.7
1,3-二氯苯	10.0	85.0	84.9	95.5	91.0	88.2	92.6	89.5
1,4-二氯苯	10.0	82.3	82.8	93.1	88.7	86.1	90.6	87.3
1,2-二氯苯	10.0	78.6	79.3	89.4	85.2	83.2	87.9	83.9
1,3,5-三氯苯	10.0	78.9	78.5	89.7	85.3	83.2	88.0	83.9
1,2,4-三氯苯	10.0	69.4	70.5	80.4	76.5	75.9	80.9	75.6
1,2,3-三氯苯	10.0	61.1	65.3	73.5	70.1	70.5	75.5	69.3
1,2,3,5-四氯苯	10.0	49.9	50.7	59.7	56.6	57.7	62.8	56.2
1,2,4,5-四氯苯	10.0	58.3	60.4	67.9	65.7	65.7	70.0	64.7
1,2,3,4-四氯苯	10.0	43.1	46.2	52.1	50.3	51.0	56.3	49.8

表 14.3 采样时间影响测试结果（三）

化合物名称	加标量 (μg)	采样时间 90min						
		1	2	3	4	5	6	均值
氯苯	10.0	99.1	92.5	92.3	87.9	94.8	95.6	93.7
2-氯甲苯	10.0	97.1	91.6	88.9	85.9	93.5	93.4	91.7
3-氯甲苯	10.0	108	101	98.9	93.3	101	96.7	99.8
4-氯甲苯	10.0	93.0	87.6	85.7	82.8	90.6	92.3	88.7
1,3-二氯苯	10.0	93.4	88.8	85.1	82.8	90.3	89.8	88.4
1,4-二氯苯	10.0	90.6	86.7	82.6	80.9	88.0	87.4	86.0
1,2-二氯苯	10.0	86.3	83.6	78.6	78.0	85.0	84.4	82.7
1,3,5-三氯苯	10.0	86.4	83.5	78.2	77.6	84.9	84.1	72.5
1,2,4-三氯苯	10.0	75.8	75.7	68.3	69.9	76.5	75.5	73.6
1,2,3-三氯苯	10.0	68.3	70.6	61.5	64.9	71.1	69.9	67.7
1,2,3,5-四氯苯	10.0	53.8	57.4	48.7	50.3	58.1	56.4	54.1
1,2,4,5-四氯苯	10.0	62.2	66.6	55.5	61.3	65.9	63.9	62.6
1,2,3,4-四氯苯	10.0	45.4	52.5	45.0	45.5	51.6	49.6	48.3

5.8.3 样品稳定性考察

HJ/T 39-1999、HJ/T 66-2001 修订内容：HJ/T 39-1999 中规定采集好的样品于富集柱中可保存 2 天（室温），HJ/T 66-2001 中规定已经采样的吸附管可在常温下避光保存 10 天。通过编制组对氯苯类化合物在活性炭采样管、GDX-103 采样管中的稳定性的研究证明，在 4℃ 冰箱中冷藏可以稳定保存不少于 7 天。

实验结果如下：取 6 组×4 支活性炭采样管，以 10 μl 微量进样器分别注入浓度为 1000 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的含 13 种氯苯类标准溶液 10 μl （即 10 μg ），静置平衡 40min 后将采样管连接于大气采样器上分别以 0.5L/min 流量模拟大气采样 40min，采集好的样品两端密封后置于 4℃ 冰箱中分别冷藏 0、1、3、5、7、10 天。然后将活性炭采样管中活性炭转移至 5ml 带塞试管中，以 1.00ml 二硫化碳解吸，考察氯苯类化合物于活性炭上保存过程中样品的稳定性。稳定性测试结果见表 15.1~15.3（以加标回收率表示）。

再取 6 组×4 支 GDX-103 采样管，以上述相同的方法考察氯苯类化合物于 GDX-103 上保存过程中样品的稳定性。氯苯类化合物在 GDX-103 采样管中的稳定性测试结果见表 16.1~16.3（以加标回收率表示）。

表 15.1 样品于活性炭上稳定性测试结果（一）

化合物名称	组分回收率 (%)							
	0 天				1 天			
氯苯	104	95.6	94.9	97.4	97.4	95.5	90.3	91.4
2-氯甲苯	102	93.7	92.8	95.4	95.5	93.1	87.5	88.0
3-氯甲苯	107	96.9	94.8	98.2	98.1	94.1	88.7	90.2
4-氯甲苯	103	95.6	95.2	97.6	97.6	95.6	90.6	90.6
1,3-二氯苯	99.9	90.9	90.1	92.7	92.8	90.7	84.7	84.8
1,4-二氯苯	97.9	89.6	88.9	91.4	91.3	94.8	83.0	82.8
1,2-二氯苯	93.7	87.0	86.3	88.5	87.8	85.6	79.2	78.6
1,3,5-三氯苯	94.9	86.3	85.2	87.5	88.5	85.7	80.4	79.1
1,2,4-三氯苯	85.7	77.0	76.4	78.7	80.9	78.3	71.6	69.8
1,2,3-三氯苯	78.7	70.5	70.0	71.7	74.5	72.4	65.4	62.7
1,2,3,5-四氯苯	73.6	64.2	64.2	65.7	69.4	66.5	60.1	56.8
1,2,4,5-四氯苯	73.5	65.4	64.4	66.3	69.2	66.9	60.1	56.4
1,2,3,4-四氯苯	59.4	51.3	51.0	52.3	55.5	53.0	46.8	42.3

表 15.2 样品于活性炭上稳定性测试结果（二）

化合物名称	组分回收率 (%)							
	3 天				5 天			
氯苯	93.2	97.4	101	95.6	94.6	91.4	98.2	97.0
2-氯甲苯	90.6	94.5	98.7	92.3	93.0	89.2	96.8	95.4
3-氯甲苯	93.0	96.5	101	96.7	95.6	90.7	96.6	97.1
4-氯甲苯	92.7	96.8	101	93.7	95.7	93.3	102	99.1
1,3-二氯苯	87.8	92.0	95.9	89.1	91.2	87.2	94.6	94.0
1,4-二氯苯	86.4	89.9	94.6	87.2	89.5	86.0	93.1	93.6
1,2-二氯苯	84.2	87.5	91.8	84.8	88.6	84.4	92.7	91.1
1,3,5-三氯苯	84.1	87.6	91.0	83.7	88.9	84.2	93.0	92.0
1,2,4-三氯苯	74.8	78.3	82.2	75.5	80.1	75.6	83.3	83.3
1,2,3-三氯苯	69.3	71.8	75.1	68.5	73.3	68.5	76.0	76.3
1,2,3,5-四氯苯	64.0	66.9	69.8	63.3	69.5	63.8	71.6	72.2
1,2,4,5-四氯苯	63.8	66.9	69.7	63.0	68.7	63.4	71.0	71.9
1,2,3,4-四氯苯	51.8	52.8	55.8	49.8	57.2	51.9	58.4	60.0

表 15.3 样品于活性炭上稳定性测试结果 (三)

化合物名称	组分回收率 (%)							
	7 天				10 天			
氯苯	94.4	98.7	87.9	102	90.9	88.7	91.5	92.4
2-氯甲苯	92.6	98.0	86.2	100	88.6	87.7	89.9	90.8
3-氯甲苯	93.3	99.1	88.2	99.1	94.2	88.9	97.8	100
4-氯甲苯	96.9	101	89.4	105	87.2	88.6	88.7	88.2
1,3-二氯苯	91.1	97.3	85.1	98.3	85.2	85.1	87.7	88.4
1,4-二氯苯	89.1	95.9	83.3	96.4	82.9	85.2	85.6	86.4
1,2-二氯苯	87.7	95.0	82.0	94.9	83.8	86.9	84.2	86.5
1,3,5-三氯苯	87.7	96.3	81.7	95.2	79.1	80.9	82.2	83.0
1,2,4-三氯苯	78.6	89.3	73.8	85.0	71.5	73.5	73.7	77.7
1,2,3-三氯苯	71.3	82.9	67.1	77.2	66.6	65.8	71.3	71.9
1,2,3,5-四氯苯	66.9	80.2	62.3	71.1	54.0	54.7	57.4	57.0
1,2,4,5-四氯苯	66.6	80.4	62.8	71.8	59.4	67.3	66.7	67.5
1,2,3,4-四氯苯	54.6	69.7	51.2	58.3	46.6	51.9	51.6	52.1

表 16.1 样品于 GDX-103 上稳定性测试结果 (一)

化合物名称	组分回收率 (%)							
	0 天				1 天			
氯苯	108	106	109	106	98.7	98.0	98.6	98.1
2-氯甲苯	97.4	95.2	97.6	93.8	88.0	89.0	89.2	88.7
3-氯甲苯	96.8	98.4	99.6	96.4	90.2	90.6	90.5	91.0
4-氯甲苯	93.6	94.4	96.2	93.6	88.3	88.1	88.3	88.5
1,3-二氯苯	101	100	98.4	91.8	89.0	89.1	89.7	89.2
1,4-二氯苯	99.4	100	101	97.1	90.2	90.1	91.3	91.3
1,2-二氯苯	101	102	103	99.0	92.0	93.1	93.1	92.6
1,3,5-三氯苯	98.8	99.3	100.7	96.4	88.7	89.4	89.2	90.8
1,2,4-三氯苯	99.8	100	100.8	96.9	90.8	91.6	92.0	91.7
1,2,3-三氯苯	103	104	102	98.0	90.2	92.7	92.5	93.3
1,2,3,5-四氯苯	105	108	107	102	95.9	95.3	94.2	93.4
1,2,4,5-四氯苯	98.2	101	99.2	96.6	93.8	92.3	95.7	91.6
1,2,3,4-四氯苯	99.8	99.9	102	98.5	95.8	96.5	96.3	95.6

表 16.2 样品于 GDX-103 上稳定性测试结果 (二)

化合物名称	组分回收率 (%)							
	3 天				5 天			
氯苯	105	117	111	112	106	109	108	107
2-氯甲苯	94.6	93.9	101	92.6	94.6	90.2	94.6	94.3
3-氯甲苯	95.8	96.4	103	94.8	96.2	92.7	96.9	97.0
4-氯甲苯	94.5	95.3	102	92.8	94.6	91.4	95.0	95.2
1,3-二氯苯	101	99.7	108	98.4	102	97.9	102	101
1,4-二氯苯	97.9	98.0	104	96.2	97.6	94.0	98.2	97.8
1,2-二氯苯	100	100	106	97.6	98.8	96.2	100	99.7
1,3,5-三氯苯	95.7	99.5	103	96.3	97.8	94.3	100	100
1,2,4-三氯苯	97.9	98.6	105	96.8	98.4	95.0	93.9	89.9
1,2,3-三氯苯	99.5	101	107	98.4	99.8	97.0	101	101
1,2,3,5-四氯苯	107	104	109	100	100	99.0	102	102
1,2,4,5-四氯苯	101	109	110	102	105	103	103	103
1,2,3,4-四氯苯	100	106	104	101	103	102	102	102

表 16.3 样品于 GDX-103 上稳定性测试结果 (三)

化合物名称	组分回收率 (%)							
	7 天				10 天			
氯苯	102	105	103	104	103	104	102	105
2-氯甲苯	92.4	95.8	94.4	94.5	94.2	97.4	95.4	95.9
3-氯甲苯	95.1	97.8	96.6	96.0	95.0	99.2	98.1	96.2
4-氯甲苯	93.5	96.3	94.4	94.1	93.1	97.4	97.2	94.5
1,3-二氯苯	101	104	102	102	101	102	102	99.6
1,4-二氯苯	95.6	99.0	97.1	97.8	95.8	100	97.3	98.5
1,2-二氯苯	98.1	101	99.4	99.6	98.1	102	99.7	100
1,3,5-三氯苯	94.7	98.3	96.8	97.4	94.7	99.7	97.3	97.3
1,2,4-三氯苯	96.4	99.6	98.8	99.2	96.0	100	98.2	99.6
1,2,3-三氯苯	99.0	102	101	99.8	97.3	101	101	101
1,2,3,5-四氯苯	98.4	103	102	103	100	104	104	104
1,2,4,5-四氯苯	100	102	102	102	100	104	103	103
1,2,3,4-四氯苯	101	99.4	99.4	100	96.8	102	103	100

5.9 分析步骤

5.9.1 气相色谱分析条件

HJ/T 39-1999、HJ/T 66-2001 修订内容：根据本标准确定的适用范围及所选用的毛细管色谱柱类别，对色谱分离条件进行了优化调整，提供了参考分析条件；进样方式仍为注射器进样（含手工、液体自动进样器两种形式），删除 HJ/T 66-2001 标准中有关对色谱数据记录器纸速、衰减等的要求。

本标准方法具体分析条件为：

(1) 色谱柱：35%苯基-甲基聚硅氧烷 DB-35MS，30m × 250 μ m × 0.25 μ m，柱温 40 $^{\circ}$ C（恒温 4min），以 5 $^{\circ}$ C/min 升温至 100 $^{\circ}$ C，再以 10 $^{\circ}$ C/min 升温至 250 $^{\circ}$ C（恒温 1min）

(2) 载气：高纯氮气，载气流速 1.8ml/min

(3) 进样口：不分流进样，0.75min 开启吹扫流量 45 ml/min

(4) 检测器：氢火焰离子化检测器 FID 300 $^{\circ}$ C，氢气 40 ml/min，开启 350 ml/min，尾吹气流量 25 ml/min

当样品基质复杂时，可采用另一根极性差异较大的毛细管色谱柱 HP-INNOWAX 柱进行双柱定性，或配合气相色谱/质谱联用技术进一步确认。

5.9.2 校准曲线的绘制

HJ/T 39-1999、HJ/T 66-2001 修订内容：根据当前一般实验室装备水平、有机样品的分析特点、气相色谱仪及色谱数据工作站性能，增加移液枪作为标准溶液移取器具，建议不再选用 HJ/T 39-1999 中使用的刻度吸管，样品进样量一般选择 1 μ l，将以氯苯类化合物各组分的浓度 (c_i) 对其峰高 (h_i) 制作校准曲线，修订为以氯苯类化合物各组分的浓度 (c_i) 对其峰面积 (A_i) 绘制。

本标准中校准曲线的制作方法：分别移取浓度为 1000 μ g/ml 氯苯类化合物标准溶液（编号 S-67435-R1，美国 AccuStandard, Inc. 生产）25 μ l、50 μ l、50 μ l、100 μ l、200 μ l，以二硫化碳稀释定容至 25ml、25ml、10ml、10ml、10ml，配制成氯苯类化合物标准系列溶液，浓度分别为 1.0 μ g/ml、2.0 μ g/ml、5.0 μ g/ml、10.0 μ g/ml、20.0 μ g/ml。在上述气相色谱分析条件下进样分析，得氯苯类化合物各组分的校准曲线方程及其线性相关系数，如表 17 所示。

表 17 氯苯类化合物校准曲线和相关系数

化合物	标准溶液浓度 (μg/ml)					校准曲线	相关系数 R ²
	1.0	2.0	5.0	10.0	20.0		
氯苯	14.7	30.5	73.9	156.4	308.8	A=15.528C-1.180	0.9998
2-氯甲苯	15.9	32.9	79.2	166.4	329.6	A=16.547C-0.998	0.9997
3-氯甲苯	15.3	31.9	80.1	170.2	339.6	A=17.127C-2.775	0.9998
4-氯甲苯	15.1	31.2	76.4	160.4	320.3	A=16.101C-1.716	0.9999
1,3-二氯苯	11.7	24.4	58.8	124.2	245.5	A=12.338C-0.871	0.9998
1,4-二氯苯	11.5	24.3	58.9	124.2	246.0	A=12.368C-1.054	0.9998
1,2-二氯苯	11.4	24.2	58.1	122.7	242.4	A=12.181C-0.857	0.9999
1,3,5-三氯苯	9.3	19.9	48.7	102.6	202.8	A=10.204C-0.924	0.9998
1,2,4-三氯苯	9.8	19.6	46.5	98.6	193.9	A=9.7263C-0.250	0.9997
1,2,3-三氯苯	9.0	19.2	46.4	98.0	193.4	A=9.7250C-0.720	0.9998
1,2,3,5-四氯苯	7.5	16.0	38.8	82.1	162.4	A=8.1709C-0.759	0.9998
1,2,4,5-四氯苯	9.0	18.3	42.4	90.0	175.1	A=8.7686C+0.278	0.9996
1,2,3,4-四氯苯	8.3	17.2	41.2	86.1	169.2	A=8.4855C-0.110	0.9998

由表 15 可见氯苯类各化合物的相关系数均大于 0.9990，线性良好。

5.9.3 样品测定

HJ/T 39-1999、HJ/T 66-2001 修订内容：样品进样量一般选择 1μl，将测量参数各色谱峰峰高 (h_i) 修订为峰面积 (A_i)，样品的预处理方法采用将采样管中吸附剂全部转移至 10 ml 具塞试管中加入解吸溶剂浸泡超声解吸的方式，不再采用 HJ/T 66-2001 中用滴管从吸附管上端滴加二硫化碳进行淋洗解吸的方法。

将 HJ/T 39-1999 标准中有关校准曲线核查的内容列入“质量保证和质量控制”中，考虑到当前仪器性能的稳定性，将仪器不关闭情况下插入校准标样的测定样品数量由 5~10 个调整为 20 个左右，同时将 HJ/T 66-2001 中定性分析、定量分析相关内容合并至“结果计算与表示”中。

由于本标准方法的气样适用范围较宽，涉及厂界无组织排放监控点空气、污染源废气等，为评估本标准方法在实际环境监测分析过程中的应用效果，标准编制组以活性炭采样管采集

了浙江某股份有限公司厂界无组织排放废气中氯苯类化合物样品进行测定,典型的废气中氯苯类化合物气相色谱图见图 16,测定结果详见表 18;浙江某股份有限公司新材料系列产品项目厂界无组织排放监控点空气和污染源废气氯苯监测结果见表 19、表 20。

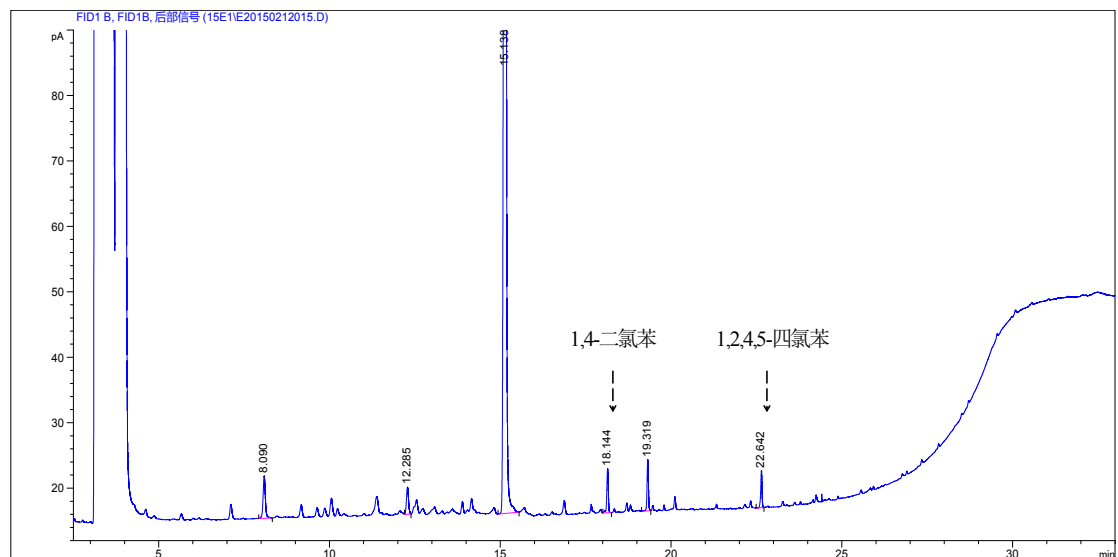


图 16 XHC 厂界无组织排放氯苯类化合物 GC 图

表 18 浙江 XHC 厂界氯苯类化合物无组织废气测定结果

单位: mg/m³

序号	化合物名称	厂界-1	厂界-2	厂界-3	厂界-4
1	氯苯	<0.022	<0.022	<0.022	<0.022
2	2-氯甲苯	<0.025	<0.025	<0.025	<0.025
3	3-氯甲苯	<0.020	<0.020	<0.020	<0.020
4	4-氯甲苯	<0.020	<0.020	<0.020	<0.020
5	1,3-二氯苯	<0.019	<0.019	<0.019	<0.019
6	1,4-二氯苯	0.076	0.132	0.113	0.084
7	1,2-二氯苯	<0.020	<0.020	<0.020	<0.020
8	1,3,5-三氯苯	<0.017	<0.017	<0.017	<0.017
9	1,2,4-三氯苯	<0.016	<0.016	<0.016	<0.016
10	1,2,3-三氯苯	<0.017	<0.017	<0.017	<0.017
11	1,2,3,5-四氯苯	<0.019	<0.019	<0.019	<0.019
12	1,2,4,5-四氯苯	0.123	0.092	0.102	0.072
13	1,2,3,4-四氯苯	<0.019	<0.019	<0.019	<0.019

表 19 浙江 RT 股份厂界无组织废气监测结果

单位: mg/m³

监测点位	氯苯	监测点位	氯苯	监测点位	氯苯
东厂界 1#-1	0.011	南厂界 2#-4	0.014	西厂界 3#-7	< 0.010
东厂界 1#-2	< 0.010	南厂界 2#-5	< 0.010	西厂界 3#-8	< 0.010
东厂界 1#-3	0.010	南厂界 2#-6	< 0.010	北厂界 4#-1	< 0.010
东厂界 1#-4	0.014	南厂界 2#-7	< 0.010	北厂界 4#-2	0.010
东厂界 1#-5	< 0.010	南厂界 2#-8	< 0.010	北厂界 4#-3	< 0.010
东厂界 1#-6	< 0.010	西厂界 3#-1	< 0.010	北厂界 4#-4	< 0.010
东厂界 1#-7	< 0.010	西厂界 3#-2	0.015	北厂界 4#-5	< 0.010
东厂界 1#-8	< 0.010	西厂界 3#-3	< 0.010	北厂界 4#-6	< 0.010
南厂界 2#-1	0.010	西厂界 3#-4	< 0.010	北厂界 4#-7	< 0.010
南厂界 2#-2	< 0.010	西厂界 3#-5	< 0.010	北厂界 4#-8	< 0.010
南厂界 2#-3	< 0.010	西厂界 3#-6	< 0.010		

表 20 浙江 RT 股份污染源废气监测结果

监测位置		监测结果						标准
监测周期		第一周期			第二周期			限值
氯苯车间处理设施进口 1#	标干废气量 (m ³ /h)	1.21×10 ³			1.21×10 ³			/
	氯苯排放浓度 (mg/m ³)	749	1.78×10 ³	2.90×10 ³	1.63×10 ³	771	1.50×10 ³	/
	排放浓度均值 (mg/m ³)	1.81×10 ³			1.30×10 ³			/
	氯苯排放速率 (kg/h)	2.19			1.57			/
氯苯车间处理设施出口 2#	标干废气量 (m ³ /h)	1.35×10 ³			1.35×10 ³			/
	氯苯排放浓度 (mg/m ³)	0.53	0.30	0.16	0.41	0.41	0.27	/
	排放浓度均值 (mg/m ³)	0.305			0.341			60
	氯苯排放速率 (kg/h)	4.12×10 ⁻⁴			4.60×10 ⁻⁴			0.52*
硝基氯苯车间废气处理设施出口 3#	标干废气量 (m ³ /h)	1.08×10 ³			1.08×10 ³			/
	氯苯排放浓度 (mg/m ³)	0.38	1.65	/	2.71	3.81	4.03	
	排放浓度均值 (mg/m ³)	1.45			3.52			60
	氯苯排放速率 (kg/h)	1.57×10 ⁻³			3.80×10 ⁻³			0.52*
硝基氯苯车间酸性废气处理设施出口 4#	标干废气量 (m ³ /h)	555			561			/
	氯苯排放浓度 (mg/m ³)	4.54	4.05	/	3.71	2.84	3.16	
	排放浓度均值 (mg/m ³)	4.26			3.24			60
	氯苯排放速率 (kg/h)	2.36×10 ⁻³			1.82×10 ⁻³			0.52*

*根据《浙江省化工行业整治提升方案》，排放速率限值执行最低排气筒高度限值。

5.10 结果计算与表示

5.10.1 目标化合物定性

与 HJ/T 39-1999、HJ/T 66-2001 标准中表述一致，未做修订。即：根据标准样品色谱图中各组分的保留时间，确定被测试样中出现的组分数目和名称，必要时可结合双柱定性和/或气相色谱/质谱联用等技术予以确认。

5.10.2 结果计算

HJ/T 39-1999、HJ/T 66-2001 修订内容：将两个标准中“定量分析”均表述为“结果计算”，将以色谱峰峰高 (h_i) 定量修订为以峰面积 (A_i) 定量；鉴于现代色谱数据工作站性能，无需再对色谱峰进行手工测量，故删除了 HJ/T 66-2001 中“色谱峰的测量”相关内容。

定量方法：HJ/T 39-1999 采用校准曲线法计算样品中氯苯类化合物的浓度，HJ/T 66-2001 则采用了外标法（单点定量）或绝对法（校准曲线法）两种方法，在本修订标准中统一为选用校准曲线法定量，即：

根据目标化合物的响应值，用校准曲线法（式 4a、4b）计算气体样品中氯苯类化合物的质量浓度：

$$\rho_i = \rho_A + \rho_B \quad (4a)$$

$$\rho = \frac{\rho_i \times V}{V_{nd}} \quad (4b)$$

式中： ρ —气样中氯苯类目标化合物的质量浓度， mg/m^3 ；

ρ_i 、 ρ_A 、 ρ_B —由校准曲线计算的试样中目标化合物的质量浓度， $\mu\text{g}/\text{ml}$ ；

V —解吸溶剂体积， ml ；

V_{nd} —样品标态干气采样体积， L 。

式 4 中已包含了氯苯类化合物“有组织排放浓度”和“无组织排放监控点浓度”计算方法的内容，修订标准中不再将其以单独条款列出。由于有组织排放废气中污染物“排放速率”的计算还要涉及污染源废气参数的测定等，按一般环境监测实践本修订标准删除了 HJ/T 39-1999、HJ/T 66-2001 两个标准中氯苯类化合物有组织“排放速率”计算的内容，按 HJ/T 55、HJ/T 397 中有关规定执行。

5.10.3 结果表示

HJ/T 39-1999、HJ/T 66-2001 修订内容：原两个标准中均未对测定结果的有效位数保留做出规定，现修订为：大气和污染源废气样品，当测定结果小于 $1.0\text{mg}/\text{m}^3$ 时，结果保留至小数点后两位，当测定结果大于或等于 $1.0\text{mg}/\text{m}^3$ 时，保留三位有效数字。气样中氯苯类化

化合物的测定结果最多保留三位有效数字，小数点后有效位数的保留与方法检出限一致。

5.11 质量保证和质量控制

5.11.1 在采样系统负载阻力稳定的状态下，采样器采样开始和结束时的流量相对偏差应在 5% 以内。

5.11.2 新购买的或自行填充的吸附剂采样管需进行吸附解吸效率评价，活性炭吸附剂对氯苯、氯甲苯、二氯苯和三氯苯等化合物的吸附-解吸效率应大于 75%，GDX-103 吸附剂对氯苯、氯甲苯、二氯苯、三氯苯和四氯苯等化合物的吸附-解吸效率应大于 85%。

5.11.3 对于活性炭、GDX-103 吸附剂采样管，单个化合物的实验室空白值应低于方法检出限，新购买的或自行填充的吸附剂采样管需进行空白水平测试。

5.11.4 每批样品应至少做一个全程序空白样品，全程序空白样品中目标化合物的含量应低于方法检出限，否则应对本批实验数据进行核实和检查。

5.11.5 每批样品应进行不少于 10% 平行样品测定，样品数量少于 10 个时，应至少测定一个平行样品。当测定结果在 10 倍检出限以内时，平行样品测定结果的相对偏差应 \leq 30%，当测定结果大于 10 倍检出限时，平行样品测定结果的相对偏差应 \leq 20%。

5.11.6 校准曲线的线性相关系数应大于等于 0.995，每批样品分析时均应重新绘制校准曲线。在仪器不关闭的情况下，根据仪器的稳定性每隔 20 个样品插入校准曲线中一个浓度适中的标准样品溶液，若其峰面积值变化大于 5%，应重新绘制校准曲线。

5.11.7 如果活性炭、GDX 采样管后段中待测物的量大于等于前段待测物量的 10%，表明吸附剂有穿透现象，应重新采样。

5.11.8 当废气样品中水蒸气或含湿量较大时，可在吸附管前加除水装置脱水。

5.12 附录

HJ/T 39-1999、HJ/T 66-2001 修订内容：本标准中所选择的两根毛细管色谱柱均可作为色谱分析用柱，也互为辅助定性用柱，故不再保留原两个标准中的附录 A 内容，即 HJ/T 39-1999“附录 A 用 DB-1 毛细色谱柱作辅助定性”和 HJ/T 66-2001“附录 A 用 DNP+Bentane 填充色谱柱作辅助定性”。

5.13 分析方法检出限和测定下线的确定

5.13.1 方法检出限（MDL）

依据《环境监测分析方法标准制修订技术导则》（HJ 168-2010）附录 A《方法特征指

标确定方法》规定，按照《固定污染源废气 氯苯类化合物的测定 气相色谱法》中样品分析步骤，分别以活性炭、GDX-103 为吸附剂对 7 个浓度值接近于检出限浓度的实验室空白加标样品（加标量为 2 μ g），以 0.5L/min 模拟大气采样 40min（即采用体积 20L），再进行气相色谱测定，计算平行测定的标准偏差，按下式计算方法的检出限：

$$MDL = t_{(n-1,0.99)} \times S$$

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%的时的 t 分布（单侧）；

S— n 次平行测定的标准偏差。

5.13.2 方法测定下限（RQL）

根据 HJ 168-2010 中规定，各目标化合物的测定下限以其方法检出限的 4 倍建立，即 $RQL = 4 \times MDL$ 。本方法的检出限和测定下限如表 21、表 22 所示。

表 21 方法检出限、测定下限测试数据（活性炭为吸附剂时）

化合物名称		氯苯	2-氯甲苯	3-氯甲苯	4-氯甲苯	1,3-二氯苯	1,4-二氯苯	1,2-二氯苯	1,3,5-三氯苯	1,2,4-三氯苯	1,2,3-三氯苯	1,2,3,5-四氯苯	1,2,4,5-四氯苯	1,2,3,4-四氯苯
测定结果 (mg/m ³)	1	0.099	0.098	0.100	0.100	0.097	0.096	0.093	0.095	0.089	0.084	0.082	0.082	0.070
	2	0.107	0.107	0.108	0.107	0.104	0.104	0.100	0.104	0.097	0.091	0.088	0.089	0.076
	3	0.105	0.104	0.106	0.106	0.102	0.101	0.098	0.101	0.092	0.087	0.085	0.085	0.074
	4	0.111	0.109	0.111	0.110	0.107	0.106	0.103	0.105	0.097	0.092	0.088	0.088	0.075
	5	0.104	0.103	0.105	0.104	0.102	0.100	0.097	0.099	0.093	0.087	0.084	0.085	0.072
	6	0.098	0.097	0.099	0.098	0.096	0.095	0.092	0.093	0.089	0.084	0.082	0.082	0.071
	7	0.103	0.101	0.103	0.103	0.100	0.099	0.096	0.098	0.092	0.088	0.085	0.085	0.074
平均值 \bar{x}_1 (mg/m ³)		0.104	0.103	0.104	0.104	0.101	0.100	0.097	0.099	0.093	0.088	0.085	0.085	0.073
标准偏差 S_1 (mg/m ³)		0.0044	0.0043	0.0044	0.0042	0.0042	0.0039	0.0038	0.0044	0.0034	0.0033	0.0028	0.0028	0.0021
t 值		3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14
检出限(mg/m ³)		0.014	0.014	0.014	0.013	0.013	0.012	0.012	0.014	0.011	0.010	0.009	0.009	0.007
测定下限(mg/m ³)		0.055	0.054	0.055	0.053	0.052	0.049	0.048	0.055	0.042	0.041	0.035	0.035	0.027

实验结果表明，当以活性炭作为大气中氯苯类化合物的吸附剂时，各组分的检出限约为 0.01 mg/m³ (0.007~0.014mg/m³)，测定下限约为 0.05 mg/m³ (0.027~0.055mg/m³)。

表 22 方法检出限、测定下限测试数据 (GDX-103 为吸附剂时)

化合物名称		氯苯	2-氯甲苯	3-氯甲苯	4-氯甲苯	1,3-二氯苯	1,4-二氯苯	1,2-二氯苯	1,3,5-三氯苯	1,2,4-三氯苯	1,2,3-三氯苯	1,2,3,5-四氯苯	1,2,4,5-四氯苯	1,2,3,4-四氯苯
测定结果 (mg/m ³)	1	0.105	0.106	0.110	0.106	0.094	0.110	0.108	0.113	0.103	0.117	0.119	0.109	0.116
	2	0.101	0.108	0.115	0.111	0.096	0.117	0.114	0.111	0.097	0.106	0.117	0.106	0.109
	3	0.100	0.106	0.110	0.107	0.095	0.113	0.111	0.109	0.091	0.106	0.112	0.106	0.109
	4	0.102	0.109	0.111	0.105	0.092	0.110	0.109	0.105	0.095	0.101	0.107	0.101	0.102
	5	0.107	0.109	0.111	0.108	0.094	0.112	0.111	0.109	0.095	0.105	0.110	0.103	0.107
	6	0.106	0.109	0.110	0.107	0.092	0.108	0.105	0.105	0.095	0.103	0.110	0.103	0.103
	7	0.102	0.088	0.092	0.089	0.073	0.091	0.088	0.089	0.075	0.088	0.096	0.087	0.099
平均值 \bar{x}_1 (mg/m ³)		0.103	0.105	0.108	0.105	0.091	0.109	0.107	0.106	0.093	0.104	0.110	0.102	0.106
标准偏差 S_1 (mg/m ³)		0.0028	0.0076	0.0076	0.0073	0.0077	0.0083	0.0089	0.0079	0.0088	0.0086	0.0075	0.0071	0.0055
t 值		3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14
检出限(mg/m ³)		0.009	0.024	0.024	0.023	0.024	0.026	0.028	0.025	0.028	0.027	0.023	0.022	0.017
测定下限(mg/m ³)		0.036	0.095	0.095	0.092	0.097	0.104	0.111	0.099	0.111	0.108	0.094	0.089	0.069

实验结果表明, 当以 GDX-103 作为大气中氯苯类化合物的吸附剂时, 各组分的检出限约为 0.02 mg/m³ (0.009~0.028mg/m³), 测定下限约为 0.10 mg/m³ (0.036~0.11mg/m³)。

5.14 分析方法精密度的确定

在 3 组×6 支空白活性炭管采样管中定量加入不同量的氯苯类混合标准溶液，分别作为低浓度、中等浓度和高浓度废气样品，以 0.5L/min 流量模拟大气采样 40min（即采气体积 20L），再进行气相色谱测定，计算 6 次测定结果均值、标准偏差和相对标准偏差，测试结果见表 23.1~23.3。

另取 3 组×6 支 GDX-103 采样管，按照上述方法测定，计算 6 次测定结果均值、标准偏差和相对标准偏差，测试结果见表 24.1~24.3。

表 23.1 低浓度样品方法精密度测试数据（活性炭为吸附剂时）

化合物名称	低浓度样品测定结果(mg/m ³)						平均值 \bar{x}_i (mg/m ³)	标准偏差 S_i (mg/m ³)	相对标准偏差 RSD _i
	1	2	3	4	5	6			
氯苯	0.099	0.107	0.105	0.104	0.098	0.103	0.103	0.0036	3.5
2-氯甲苯	0.098	0.107	0.104	0.103	0.097	0.101	0.102	0.0036	3.6
3-氯甲苯	0.100	0.108	0.106	0.105	0.099	0.103	0.103	0.0036	3.5
4-氯甲苯	0.100	0.107	0.106	0.104	0.098	0.103	0.103	0.0035	3.4
1,3-二氯苯	0.097	0.104	0.102	0.102	0.096	0.100	0.100	0.0034	3.4
1,4-二氯苯	0.096	0.104	0.101	0.100	0.095	0.099	0.099	0.0032	3.3
1,2-二氯苯	0.093	0.100	0.098	0.097	0.092	0.096	0.096	0.0030	3.2
1,3,5-三氯苯	0.095	0.104	0.101	0.099	0.093	0.098	0.098	0.0040	4.1
1,2,4-三氯苯	0.089	0.097	0.092	0.093	0.089	0.092	0.092	0.0030	3.2
1,2,3-三氯苯	0.084	0.091	0.087	0.087	0.084	0.088	0.087	0.0029	3.4
1,2,3,5-四氯苯	0.082	0.088	0.085	0.084	0.082	0.085	0.084	0.0025	3.0
1,2,4,5-四氯苯	0.082	0.089	0.085	0.085	0.082	0.085	0.084	0.0027	3.2
1,2,3,4-四氯苯	0.070	0.076	0.074	0.072	0.071	0.074	0.073	0.0022	3.0

表 23.2 中浓度样品方法精密度测试数据（活性炭为吸附剂时）

化合物名称	中浓度样品测定结果(mg/m ³)						平均值 \bar{x}_i (mg/m ³)	标准偏差 S_i (mg/m ³)	相对标准偏差 RSD _i
	1	2	3	4	5	6			
氯苯	1.000	1.001	1.010	1.029	1.003	0.996	1.007	0.012	1.2
2-氯甲苯	0.990	0.991	1.003	1.024	1.001	0.992	1.000	0.013	1.3
3-氯甲苯	1.004	1.011	1.021	1.044	1.021	1.009	1.018	0.014	1.4
4-氯甲苯	1.003	1.000	1.013	1.032	1.007	1.001	1.009	0.012	1.2
1,3-二氯苯	0.978	0.981	0.993	1.013	0.993	0.982	0.990	0.013	1.3
1,4-二氯苯	0.969	0.971	0.984	1.003	0.984	0.974	0.981	0.013	1.3
1,2-二氯苯	0.947	0.951	0.963	0.982	0.965	0.957	0.961	0.012	1.3
1,3,5-三氯苯	0.958	0.962	0.977	0.995	0.978	0.970	0.973	0.013	1.3
1,2,4-三氯苯	0.903	0.909	0.922	0.937	0.926	0.916	0.919	0.012	1.3
1,2,3-三氯苯	0.851	0.857	0.871	0.882	0.877	0.865	0.867	0.012	1.3
1,2,3,5-四氯苯	0.824	0.831	0.848	0.856	0.852	0.838	0.842	0.012	1.5
1,2,4,5-四氯苯	0.821	0.827	0.845	0.852	0.850	0.836	0.839	0.013	1.5
1,2,3,4-四氯苯	0.705	0.711	0.726	0.729	0.730	0.714	0.719	0.011	1.5

表 23.3 高浓度样品方法精密度测试数据（活性炭为吸附剂时）

化合物名称	高浓度样品测定结果(mg/m ³)						平均值 \bar{x}_i (mg/m ³)	标准偏差 S_i (mg/m ³)	相对标准偏差 RSD _i
	1	2	3	4	5	6			
氯苯	5.07	5.04	5.07	4.99	5.03	4.97	5.03	0.040	0.8
2-氯甲苯	5.01	4.98	5.01	4.90	4.98	4.90	4.96	0.050	1.0
3-氯甲苯	5.14	5.09	5.13	5.01	5.10	5.00	5.08	0.059	1.2
4-氯甲苯	5.09	5.06	5.11	5.00	5.06	5.00	5.06	0.044	0.9
1,3-二氯苯	4.95	4.93	4.95	4.84	4.90	4.82	4.90	0.053	1.1
1,4-二氯苯	4.90	4.87	4.90	4.79	4.85	4.77	4.84	0.054	1.1
1,2-二氯苯	4.78	4.76	4.79	4.68	4.74	4.67	4.74	0.052	1.1
1,3,5-三氯苯	4.82	4.80	4.83	4.72	4.78	4.68	4.77	0.057	1.2
1,2,4-三氯苯	4.51	4.49	4.52	4.39	4.47	4.38	4.46	0.060	1.3
1,2,3-三氯苯	4.22	4.20	4.23	4.11	4.18	4.09	4.17	0.057	1.4
1,2,3,5-四氯苯	4.02	4.01	4.03	3.91	3.98	3.88	3.97	0.064	1.6
1,2,4,5-四氯苯	4.00	3.98	4.02	3.87	3.97	3.85	3.95	0.070	1.8
1,2,3,4-四氯苯	3.38	3.36	3.39	3.30	3.35	3.28	3.34	0.044	1.3

表 23.1~23.3 实验结果表明，当以活性炭作为采集废气中氯苯类化合物的吸附剂时，低浓度样品（0.10mg/m³）、中等浓度样品（1.0mg/m³）和高浓度样品（5.0mg/m³），实验室测定结果的相对标准偏差 RSD 分别为 3.0%~4.1%、1.2%~1.5%和 0.8%~1.8%。

表 24.1 低浓度样品方法精密度测试数据 (GDX-103 为吸附剂时)

化合物名称	低浓度样品测定结果(mg/m ³)						平均值 \bar{x}_i (mg/m ³)	标准偏差 S_i (mg/m ³)	相对标准偏差 RSD _i
	1	2	3	4	5	6			
氯苯	0.105	0.101	0.100	0.102	0.107	0.106	0.104	0.0030	2.9
2-氯甲苯	0.106	0.108	0.106	0.109	0.109	0.109	0.108	0.0015	1.4
3-氯甲苯	0.110	0.115	0.110	0.111	0.111	0.110	0.111	0.0019	1.7
4-氯甲苯	0.106	0.111	0.107	0.105	0.108	0.107	0.107	0.0021	2.0
1,3-二氯苯	0.094	0.096	0.095	0.092	0.094	0.092	0.0094	0.0015	1.6
1,4-二氯苯	0.110	0.117	0.113	0.110	0.112	0.108	0.112	0.0032	2.9
1,2-二氯苯	0.108	0.114	0.111	0.109	0.111	0.105	0.110	0.0031	2.8
1,3,5-三氯苯	0.113	0.111	0.109	0.105	0.109	0.105	0.109	0.0033	3.1
1,2,4-三氯苯	0.113	0.097	0.091	0.095	0.095	0.095	0.0096	0.0041	4.2
1,2,3-三氯苯	0.117	0.106	0.106	0.101	0.105	0.103	0.106	0.0057	5.3
1,2,3,5-四氯苯	0.119	0.117	0.112	0.107	0.110	0.110	0.112	0.0045	4.0
1,2,4,5-四氯苯	0.109	0.106	0.106	0.101	0.103	0.103	0.105	0.0029	2.7
1,2,3,4-四氯苯	0.116	0.109	0.109	0.102	0.107	0.103	0.108	0.0047	4.4

表 24.2 中浓度样品方法精密度测试数据 (GDX-103 为吸附剂时)

化合物名称	中浓度样品测定结果(mg/m ³)						平均值 \bar{x}_i (mg/m ³)	标准偏差 S_i (mg/m ³)	相对标准偏差 RSD _i
	1	2	3	4	5	6			
氯苯	0.507	0.505	0.487	0.478	0.499	0.505	0.497	0.012	2.4
2-氯甲苯	0.487	0.485	0.470	0.455	0.463	0.477	0.473	0.013	2.7
3-氯甲苯	0.489	0.493	0.472	0.466	0.476	0.484	0.480	0.011	2.2
4-氯甲苯	0.486	0.490	0.470	0.463	0.466	0.480	0.476	0.011	2.4
1,3-二氯苯	0.466	0.469	0.443	0.434	0.455	0.453	0.452	0.014	3.0
1,4-二氯苯	0.471	0.470	0.451	0.435	0.453	0.459	0.456	0.013	2.9
1,2-二氯苯	0.478	0.479	0.458	0.447	0.456	0.464	0.464	0.013	2.8
1,3,5-三氯苯	0.438	0.462	0.436	0.423	0.436	0.442	0.439	0.013	2.9
1,2,4-三氯苯	0.446	0.450	0.430	0.423	0.429	0.441	0.437	0.011	2.4
1,2,3-三氯苯	0.482	0.478	0.456	0.443	0.454	0.455	0.462	0.015	3.3
1,2,3,5-四氯苯	0.466	0.465	0.431	0.415	0.431	0.439	0.441	0.020	4.6
1,2,4,5-四氯苯	0.464	0.461	0.471	0.464	0.469	0.476	0.468	0.005	1.2
1,2,3,4-四氯苯	0.469	0.481	0.477	0.482	0.479	0.481	0.478	0.005	1.0

表 24.3 高浓度样品方法精密度测试数据 (GDX-103 为吸附剂时)

化合物名称	高浓度样品测定结果(mg/m ³)						平均值 \bar{x}_i (mg/m ³)	标准偏差 S_i (mg/m ³)	相对标准偏差 RSD _i
	1	2	3	4	5	6			
氯苯	2.36	2.37	2.22	2.36	2.24	2.18	2.29	0.086	3.7
2-氯甲苯	2.42	2.43	2.37	2.44	2.33	2.32	2.38	0.052	2.2
3-氯甲苯	2.44	2.47	2.41	2.49	2.37	2.37	2.42	0.052	2.1
4-氯甲苯	2.42	2.44	2.40	2.48	2.34	2.35	2.41	0.054	2.2
1,3-二氯苯	2.32	2.31	2.22	2.30	2.16	2.14	2.24	0.079	3.5
1,4-二氯苯	2.35	2.35	2.28	2.36	2.25	2.22	2.30	0.060	2.6
1,2-二氯苯	2.34	2.32	2.27	2.31	2.22	2.18	2.28	0.061	2.7
1,3,5-三氯苯	2.26	2.26	2.21	2.25	2.16	2.11	2.21	0.063	2.9
1,2,4-三氯苯	2.29	2.28	2.21	2.26	2.16	2.12	2.22	0.070	3.1
1,2,3-三氯苯	2.32	2.30	2.23	2.29	2.18	2.14	2.242	0.072	3.2
1,2,3,5-四氯苯	2.40	2.37	2.35	2.32	2.28	2.21	2.320	0.069	3.0
1,2,4,5-四氯苯	2.54	2.40	2.40	2.50	2.36	2.34	2.42	0.077	3.2
1,2,3,4-四氯苯	2.46	2.41	2.37	2.36	2.32	2.24	2.36	0.073	3.1

表 24.1~24.3 实验结果表明, 当以 GDX-103 作为采集废气中氯苯类化合物的吸附剂时, 低浓度样品 (0.10mg/m³)、中等浓度样品 (1.0mg/m³) 和高浓度样品 (2.50mg/m³), 实验室测定结果的相对标准偏差 RSD 分别为 1.4%~5.3%、1.0%~4.6%和 2.1%~3.7%。

5.15 分析方法准确度的确定

在 3 组×6 支空白活性炭管中定量加入不同量的氯苯类混合标准溶液, 分别模拟低浓度、中等浓度和高浓度废气样品, 以 0.5L/min 流量模拟大气采样 40min (即采样体积 20L), 再

进行气相色谱测定，计算各组分回收率和回收率均值，测试结果见表 25.1~25.3。

另取 3 组×6 支 GDX-103 采样管，按照上述方法测定，计算各组分回收率和回收率均值，测试结果见表 26.1~26.3。

表 25.1 低浓度样品方法准确度测试数据（活性炭为吸附剂时）

化合物名称	低浓度样品回收率测定结果(%)						平均回收率(%)
	1	2	3	4	5	6	
氯苯	99.0	108	105	104	98.3	103	103
2-氯甲苯	98.1	107	104	103	97.4	101	102
3-氯甲苯	99.7	108	106	105	98.7	103	103
4-氯甲苯	99.7	107	106	104	98.4	103	103
1,3-二氯苯	96.5	104	102	102	95.7	99.6	100
1,4-二氯苯	96.1	104	101	100	95.3	99.1	99.4
1,2-二氯苯	93.4	100	97.8	97.4	92.1	96.1	96.2
1,3,5-三氯苯	94.9	104	100	99.5	92.9	98.0	98.3
1,2,4-三氯苯	89.1	96.7	92.3	92.9	88.5	92.3	92.0
1,2,3-三氯苯	83.5	91.2	87.4	87.4	83.5	87.9	86.8
1,2,3,5-四氯苯	81.6	88.4	85.0	84.4	81.6	85.0	84.4
1,2,4,5-四氯苯	81.6	89.0	84.7	84.7	81.6	85.3	84.5
1,2,3,4-四氯苯	70.4	76.3	74.3	72.4	71.1	73.7	73.0

表 25.2 中浓度样品方法准确度测试数据（活性炭为吸附剂时）

化合物名称	中浓度样品回收率测定结果(%)						平均回收率(%)
	1	2	3	4	5	6	
氯苯	100	100	101	103	100	99.6	101
2-氯甲苯	99.0	99.1	100	102	100	99.2	100
3-氯甲苯	100	101	102	104	102	101	102
4-氯甲苯	100	100	101	103	101	100	101
1,3-二氯苯	97.8	98.1	99.3	101	99.3	98.2	99.0
1,4-二氯苯	96.9	97.1	98.4	100	98.4	97.4	98.1
1,2-二氯苯	94.7	95.1	96.3	98.2	96.5	95.7	96.1
1,3,5-三氯苯	95.8	96.2	97.7	99.5	97.8	97.0	97.3
1,2,4-三氯苯	90.3	90.9	92.2	93.7	92.6	91.6	91.9
1,2,3-三氯苯	85.1	85.7	87.1	88.2	87.7	86.5	86.7
1,2,3,5-四氯苯	82.4	83.1	84.8	85.6	85.2	83.8	84.2
1,2,4,5-四氯苯	82.1	82.7	84.5	85.2	85.0	83.6	83.9
1,2,3,4-四氯苯	70.5	71.1	72.6	72.9	73.0	71.4	71.9

表 25.3 高浓度样品方法准确度测试数据（活性炭为吸附剂时）

化合物名称	高浓度样品回收率测定结果(%)						平均回收率(%)
	1	2	3	4	5	6	
氯苯	101	101	101	99.7	100	99.4	100
2-氯甲苯	100	99.6	100	98.1	99.7	97.9	99.3
3-氯甲苯	103	102	103	100	102	100	102
4-氯甲苯	102	101	102	100	101	100	101
1,3-二氯苯	99.0	98.5	99.0	96.9	98.0	96.5	98.0
1,4-二氯苯	97.9	97.4	97.9	95.8	97.0	95.4	96.9
1,2-二氯苯	95.7	95.2	95.8	93.7	94.9	93.3	94.8
1,3,5-三氯苯	96.3	95.9	96.5	94.3	95.5	93.7	95.4
1,2,4-三氯苯	90.2	89.8	90.4	87.8	89.4	87.6	89.2
1,2,3-三氯苯	84.4	84.0	84.5	82.3	83.6	81.8	83.4
1,2,3,5-四氯苯	80.5	80.2	80.6	78.2	79.5	77.6	79.4
1,2,4,5-四氯苯	80.1	79.6	80.3	77.5	79.5	77.0	79.0
1,2,3,4-四氯苯	67.5	67.2	67.9	66.1	67.0	65.5	66.9

表 26.1 低浓度样品方法准确度测试数据 (GDX-103 为吸附剂时)

化合物名称	低浓度样品回收率测定结果(%)						平均回收率(%)
	1	2	3	4	5	6	
氯苯	105	101	95.5	102	107	106	104
2-氯甲苯	106	108	106	109	109	109	108
3-氯甲苯	110	115	110	111	111	110	111
4-氯甲苯	106	111	107	105	108	107	108
1,3-二氯苯	94.0	95.8	94.6	91.6	93.7	92.5	93.7
1,4-二氯苯	110	117	113	110	112	108	112
1,2-二氯苯	108	114	111	109	111	105	110
1,3,5-三氯苯	114	111	109	105	109	105	109
1,2,4-三氯苯	103	97.0	90.6	95.1	95.1	95.1	96.0
1,2,3-三氯苯	117	106	106	101	105	103	106
1,2,3,5-四氯苯	119	117	112	107	110	110	112
1,2,4,5-四氯苯	109	107	106	101	103	103	105
1,2,3,4-四氯苯	116	109	109	102	107	103	108

表 26.2 中浓度样品方法准确度测试数据 (GDX-103 为吸附剂时)

化合物名称	中浓度样品回收率测定结果(%)						平均回收率(%)
	1	2	3	4	5	6	
氯苯	102	101	97.3	95.5	99.8	101	99.4
2-氯甲苯	97.3	97.1	94.2	91.0	92.5	95.4	94.6
3-氯甲苯	97.8	98.6	94.5	93.2	95.1	96.8	96.0
4-氯甲苯	97.2	98.1	94.0	92.6	93.1	96.1	95.2
1,3-二氯苯	93.2	93.9	88.6	86.8	89.1	90.5	90.3
1,4-二氯苯	94.2	94.0	90.2	87.0	90.6	91.9	91.3
1,2-二氯苯	95.7	95.8	91.5	89.5	91.1	92.7	92.7
1,3,5-三氯苯	87.6	92.3	87.1	84.7	87.1	88.5	87.9
1,2,4-三氯苯	89.3	89.9	86.1	84.5	85.9	88.2	87.3
1,2,3-三氯苯	96.5	95.6	91.2	88.6	90.8	91.1	92.3
1,2,3,5-四氯苯	93.3	93.1	86.1	83.1	86.2	87.7	88.3
1,2,4,5-四氯苯	92.7	92.3	94.3	92.8	93.8	95.2	93.5
1,2,3,4-四氯苯	93.8	96.2	95.3	96.3	95.7	96.2	95.6

表 26.3 高浓度样品方法准确度测试数据 (GDX-103 为吸附剂时)

化合物名称	高浓度样品回收率测定结果(%)						平均回收率(%)
	1	2	3	4	5	6	
氯苯	94.5	94.9	88.6	94.2	89.4	87.3	91.5
2-氯甲苯	96.7	97.3	94.9	97.5	93.3	92.8	95.4
3-氯甲苯	97.5	98.9	96.4	99.6	94.7	94.7	97.0
4-氯甲苯	96.8	97.8	95.8	99.4	93.7	94.2	96.3
1,3-二氯苯	92.8	92.4	88.6	92.0	86.5	85.7	89.7
1,4-二氯苯	94.0	94.1	91.4	94.2	90.1	88.6	92.1
1,2-二氯苯	93.6	93.0	90.7	92.3	88.9	87.4	91.0
1,3,5-三氯苯	90.3	90.3	88.4	90.1	86.2	84.3	88.3
1,2,4-三氯苯	91.7	91.0	88.3	90.5	86.2	84.8	88.8
1,2,3-三氯苯	92.7	91.8	89.4	91.5	87.3	85.4	89.7
1,2,3,5-四氯苯	96.0	94.6	93.9	92.8	91.1	88.3	92.8
1,2,4,5-四氯苯	90.5	85.9	85.5	89.3	84.4	83.7	86.6
1,2,3,4-四氯苯	98.2	96.3	94.8	94.5	92.7	89.7	94.4

表 25.1~25.3 实验结果表明, 当以活性炭作为采集大气中氯苯类化合物的吸附剂时, 低浓度样品 ($0.10\text{mg}/\text{m}^3$)、中等浓度样品 ($1.0\text{mg}/\text{m}^3$) 和高浓度样品 ($5.0\text{mg}/\text{m}^3$), 样品中各组分的加标回收率分别为 73.0%~103%、71.9%~102%和 66.9%~102%。

表 26.1~26.3 实验结果表明, 当以 GDX-103 作为采集大气中氯苯类化合物的吸附剂时, 低浓度样品 ($0.10\text{mg}/\text{m}^3$)、中等浓度样品 ($1.0\text{mg}/\text{m}^3$) 和高浓度样品 ($2.5\text{mg}/\text{m}^3$), 样品中各组分的加标回收率分别为 93.7%~112%、87.3%~99.4%和 88.6%~97.0%。

5.16 实际污染源废气样品氯苯类化合物性能考察

为考察污染源有组织排放废气不同温度、湿度环境条件对氯苯类化合物吸附解吸性能的影响, 编制组采用在空白活性炭管、空白 GDX-103 采样管中定量加入 $10\mu\text{g}$ 氯苯类混合标准溶液方式, 静置后再于所选企业的污染源废气排放口, 以 $0.5\text{L}/\text{min}$ 流量采样 20min (即采样体积 10L , 加标浓度为 $1.0\text{mg}/\text{m}^3$), 采毕密封采样管两端带回实验室进行气相色谱测定, 计算氯苯类化合物各组分回收率。

在所选污染源有组织排放废气温度、湿度条件下, 氯苯类化合物在活性炭吸附剂上的加标回收率测试结果见表 27.1~27.2, 在 GDX-103 吸附剂上的加标回收率测试结果见表

28.1~28.2。

表 27.1 污染源废气氯苯类化合物测试结果（活性炭为吸附剂时）

测试断面	杭州某环保公司 1#排放口						
管道截面积 (m ²)	1.12						
废气温度 (°C)	162						
废气流速 (m/s)	17.7						
废气量 (N.m ³ /h)	3.18×10 ⁴						
废气含湿量 (%)	24.5						
	1	2	3	4	5	6	平均回收率(%)
氯苯	105	102	101	97.1	96.5	104	101
2-氯甲苯	95.0	93.2	93.0	89.9	89.8	97.0	93.0
3-氯甲苯	98.0	96.0	96.0	93.0	93.0	100	96.0
4-氯甲苯	96.0	93.6	93.8	90.6	90.9	98.1	93.8
1,3-二氯苯	93.2	91.6	90.4	86.8	87.6	94.0	90.6
1,4-二氯苯	89.4	88.4	88.4	84.9	85.2	92.2	88.1
1,2-二氯苯	85.0	84.2	84.6	80.6	81.2	87.6	83.9
1,3,5-三氯苯	90.6	87.6	86.2	82.5	83.7	89.8	86.7
1,2,4-三氯苯	79.5	77.2	77.2	72.9	75.0	79.4	76.9
1,2,3-三氯苯	68.8	69.6	68.6	63.8	66.7	69.8	67.9
1,2,3,5-四氯苯	69.6	73.0	67.0	62.0	68.6	66.0	67.7
1,2,4,5-四氯苯	63.7	66.6	69.0	67.7	66.2	73.6	67.8
1,2,3,4-四氯苯	54.5	55.2	52.6	52.0	52.0	53.8	53.4

表 27.2 污染源废气氯苯类化合物测试结果（活性炭为吸附剂时）

测试断面	丽水某公司 1#排放口						
管道截面积 (m ²)	0.950						
废气温度 (°C)	75						
废气流速 (m/s)	16.3						
废气量 (N.m ³ /h)	4.10×10 ⁴						
废气含湿量 (%)	6.3						
	1	2	3	4	5	6	平均回收率(%)
氯苯	102	96.2	97.6	96.0	95.2	94.6	96.9
2-氯甲苯	98.2	93.2	94.0	92.8	92.2	91.6	93.7
3-氯甲苯	102.0	96.4	97.8	96.8	95.4	94.7	97.2
4-氯甲苯	100.0	94.2	95.1	94.3	93.2	93.1	95.0
1,3-二氯苯	95.4	90.5	91.2	90.1	89.8	89.2	91.0
1,4-二氯苯	93.1	88.6	89.0	87.8	87.7	87.0	88.9
1,2-二氯苯	89.3	84.7	85.1	83.9	84.0	83.4	85.1
1,3,5-三氯苯	89.9	85.9	86.0	84.4	85.2	84.0	85.9
1,2,4-三氯苯	80.0	77.0	76.2	74.5	76.0	75.3	76.5
1,2,3-三氯苯	71.8	69.2	68.1	66.4	68.0	67.5	68.5
1,2,3,5-四氯苯	64.3	62.8	60.6	58.4	60.9	60.0	61.2
1,2,4,5-四氯苯	72.8	71.8	70.0	67.8	70.9	70.2	70.6
1,2,3,4-四氯苯	52.6	55.0	50.6	49.8	52.4	52.7	52.2

表 28.1 污染源废气氯苯类化合物测试结果 (GDX-103 为吸附剂时)

测试断面	嘉兴某公司 1#炉排放口						
管道截面积 (m ²)	3.14						
废气温度 (°C)	111						
废气流速 (m/s)	14.2						
废气量 (N.m ³ /h)	9.42×10 ⁴						
废气含湿量 (%)	13.5						
	1	2	3	4	5	6	平均回收率(%)
氯苯	104	104	99.9	105	99.9	103	103
2-氯甲苯	94.0	96.0	92.0	91.4	88.3	90.8	92.1
3-氯甲苯	94.8	99.0	93.0	92.4	90.4	93.1	93.8
4-氯甲苯	92.4	96.9	91.3	90.0	88.2	90.6	91.6
1,3-二氯苯	99.9	102	97.6	96.4	94.2	99.1	98.2
1,4-二氯苯	95.7	100	93.7	94.3	91.0	94.0	94.8
1,2-二氯苯	96.8	102	95.9	95.8	93.4	95.6	96.6
1,3,5-三氯苯	94.5	98.8	92.6	92.9	90.2	92.6	93.6
1,2,4-三氯苯	95.2	101	94.2	93.4	92.2	93.8	95.0
1,2,3-三氯苯	97.2	101	95.2	94.3	94.3	95.0	96.2
1,2,3,5-四氯苯	98.7	105	98.9	98.4	95.3	99.2	99.3
1,2,4,5-四氯苯	100	106	101	96.0	96.2	99.0	99.7
1,2,3,4-四氯苯	101	99.8	98.8	98.0	96.0	98.1	98.6

表 28.2 污染源废气氯苯类化合物测试结果 (GDX-103 为吸附剂时)

测试断面	杭州某环保公司 2#排放口						
管道截面积 (m ²)	1.12						
废气温度 (°C)	157						
废气流速 (m/s)	19.1						
废气量 (N.m ³ /h)	3.35×10 ⁴						
废气含湿量 (%)	26.2						
	1	2	3	4	5	6	平均回收率(%)
氯苯	100	98.5	98.1	99.0	99.3	99.5	99.1
2-氯甲苯	89.6	88.0	89.1	90.8	90.3	93.4	90.2
3-氯甲苯	91.7	89.7	89.8	92.4	92.7	94.3	91.8
4-氯甲苯	89.6	86.9	87.9	90.2	90.8	90.5	89.3
1,3-二氯苯	94.8	95.3	94.0	96.0	96.8	97.8	95.8
1,4-二氯苯	93.1	91.8	90.4	93.6	93.9	96.3	93.2
1,2-二氯苯	94.5	93.0	91.6	95.7	95.3	97.8	94.7
1,3,5-三氯苯	92.0	89.9	88.2	92.6	92.0	95.6	91.7
1,2,4-三氯苯	93.3	91.4	90.2	93.4	95.2	95.2	93.1
1,2,3-三氯苯	93.7	94.6	92.0	95.4	97.2	97.6	95.1
1,2,3,5-四氯苯	98.1	95.5	94.4	97.0	96.7	97.9	96.6
1,2,4,5-四氯苯	95.5	94.0	97.4	97.0	96.9	97.0	96.3
1,2,3,4-四氯苯	95.8	94.6	96.8	97.0	97.3	96.4	96.3

表 27.1 和表 27.2、表 28.1 和表 28.2 实验结果表明, 在所选污染源有组织排放废气不同温度、湿度条件下, 氯苯类化合物在活性炭、GDX-103 吸附剂上所表现出的吸附解吸性能基本不受影响。

5.17 实际样品解吸液加标试验

以活性炭采样管实际采集浙江上虞某化工厂固定污染源废气中含氯苯类化合物的样品, 将其二硫化碳解吸液分成 2 份, 对其中 1 份样品进行解析液基体加标试验 (加标浓度为 0.50mg/m³), 计算气体样品中氯苯类化合物各组分的浓度以及加标测定结果, 测试结果见表 29。

表 29 活性炭采集实际样品加标测试结果

化合物名称	样品	测定结果(mg/m ³)						加标回收率 P_i (%)
		1	2	3	4	5	6	
氯苯	样品 2	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.492	0.494	0.486	0.496	0.500	0.486	98.5
2-氯甲苯	样品 2	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.480	0.493	0.485	0.497	0.507	0.494	98.5
3-氯甲苯	样品 2	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.470	0.483	0.476	0.490	0.498	0.488	96.8
4-氯甲苯	样品 2	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.483	0.498	0.487	0.499	0.511	0.498	99.2
1,3-二氯苯	样品 2	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.481	0.490	0.488	0.500	0.517	0.510	99.5
1,4-二氯苯	样品 2	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.478	0.489	0.487	0.498	0.516	0.507	99.2
1,2-二氯苯	样品 2	0.321	0.330	0.326	0.323	0.328	0.329	/
	加标测定值	0.776	0.792	0.784	0.807	0.831	0.820	95.1
1,3,5-三氯苯	样品 2	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.465	0.475	0.471	0.484	0.498	0.492	96.2
1,2,4-三氯苯	样品 2	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.490	0.500	0.492	0.509	0.527	0.520	101
1,2,3-三氯苯	样品 2	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.478	0.492	0.486	0.502	0.519	0.510	99.6
1,2,3,5-四氯苯	样品 2	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.483	0.493	0.489	0.503	0.513	0.508	99.6
1,2,4,5-四氯苯	样品 2	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.502	0.519	0.513	0.520	0.540	0.537	104
1,2,3,4-四氯苯	样品 2	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.497	0.510	0.503	0.514	0.534	0.532	103

5.18 小结

本标准方法在现行的涉环境空气和污染源废气中氯苯类化合物监测方法的基础上,通过在选择的不同吸附剂采样管中定量加入氯苯类化合物标准物质,静置后再于大气采样器上模拟采样后测定各组分回收率的方法,考察氯苯类化合物在环境监测实践中广泛使用的活性炭、硅胶、XAD-2树脂、Tenax、GDX-103、GDX-502、弗罗里硅土等固体吸附剂上的吸附解吸性能,并对实验室常用有机溶剂对采集于吸附剂上的氯苯类化合物的解吸效能进行了试验,同时研究了不同温度、湿度环境的企业实际污染源有组织排放废气条件下活性炭、GDX-103吸附剂对测定氯苯类化合物的影响。

实验结果表明,当选择二硫化碳作为解吸溶剂时,活性炭、GDX系列吸附剂对氯苯类化合物各组分均具有较为高效、稳定的吸附解吸效能,能满足环境空气和污染源废气中氯苯、氯甲苯、二氯苯、三氯苯、四氯苯等化合物测定的需要,可以根据日常环境监测工作的实际情况灵活选择。尽管活性炭采样管对四氯苯组分的回收率稍低,但其价格低廉、环境监测领域应用广泛、各种环境条件下吸附解吸性能稳定;GDX-103等高分子多孔小球型吸附剂虽然对氯苯类化合物各组分吸附解吸效能均一旦分析更佳一些,但其分析成本费用较高(约为活性炭采样管价格的10倍)且商品化程度不足使其难以为日常环境监测工作所接受,此外,GDX系列吸附剂本底复杂、预处理繁琐致使其品质性能不够稳定而难以适应于低含量目标物的测定,也是其应用不够广泛的重要原因。

6 方法验证

按照《环境监测分析方法标准制修订技术导则》(HJ168)和《国家环境污染物监测方法标准制修订工作暂行要求》(环科函[2009]10号)的要求,组织6家有资质的实验室进行方法验证。根据影响方法的精密度和准确度的主要因素和数理统计学的要求,编制方法验证报告,验证数据主要包括检出限、测定下限、精密度以及准确度等。

6.1 分析验证方案

6.1.1 参加方法验证实验室、验证人员

参加方法验证的实验室、验证人员的基本情况见表30。

表 30 验证单位及验证人员概况

序号	单位	人员	职称	所学专业	从事分析 工作年限
1	杭州市环境监测中心站	阮东德	工程师	应用化学	9
		唐访良	教高	环境科学	25
2	宁波市环境监测中心	汪晟乐	助工	环境化学	6
		袁方	助工	化学	3
		钱飞中	高工	环境化学	20
3	绍兴市环境监测中心站	韩英	工程师	化学	8
		徐锋	高工	环境科学	16
4	湖州市环境保护监测中心站	毕京博	工程师	环境保护	9
		费勇	高工	分析化学	16
5	嘉兴市环境保护监测站	胡文凌	工程师	分析化学	9
		江胜良	助工	分析化学	4
6	杭州市萧山区环境监测站	陈金汉	工程师	化学工程 与工艺	10
		蒋佳绮	助工	应用化学	3
7	浙江省环境监测中心	许行义	教高	分析化学	36
		许亚璐	助工	化学	5
		钟光剑	工程师	环境监测	14

6.1.2 方法验证方案

6.1.2.1 检出限和测定下限的确定

在 7 支空白活性炭管中以 10 μ l 微量进样器定量加入 2 μ l 1000 μ g/ml 氯苯类标准溶液（即 2.0 μ g），静置平衡 40min。然后按照标准草案的方法，用硅橡胶管将活性炭管一端与采样器相联，吸附管另一端（即采样段）水平或垂直向上安放在采样位置，分别以 0.5L/min 流量模拟采样 40min 即采集空气 20L，相当于大气样品中氯苯类化合物的浓度为 0.10mg/m³。

另取 7 支 GDX-103 采样管，定量加入 2.0 μ g 氯苯类标准溶液，按上述相同方法模拟采样 20L，待分析。

将采样管中活性炭、GDX-103 分别全部转移至 10ml 带塞试管中，加入 2.0ml 二硫化碳，超声解吸 3min，再静置约 30min。在上述气相色谱分析条件下进行测定，计算 7 次平行测定结果的标准偏差 S。

方法的检出限 MDL=3.14 \times S，以 4 倍的方法检出限为目标物的测定下限。

6.1.2.2 精密度的测定

在 3 组×6 支空白活性炭管中以 10 μ l、50 μ l 微量进样器定量加入 1000 μ g/ml 氯苯类标准混合溶液 2 μ l、20 μ l、100 μ l（即 2.0 μ g、20.0 μ g、100 μ g），分别模拟低浓度、中等浓度和高浓度废气样品。静置平衡 40min，然后按照标准草案的方法，用硅橡胶管将活性炭管一端与采样器相联，吸附管另一端（即采样段）水平或垂直向上安放在采样位置，分别以 0.5L/min 流量模拟采样 40min 即采集空气 20L，其对应的气体样品中氯苯类化合物浓度分别为 0.10mg/m³、1.0mg/m³、5.0mg/m³。

另取 3 组×6 支空白 GDX-103 采样管中以 10 μ l、50 μ l 微量进样器定量加入 1000 μ g/ml 氯苯类标准混合溶液 2 μ l、10 μ l、50 μ l（即 2.0 μ g、10.0 μ g、50.0 μ g），分别模拟低浓度、中等浓度和高浓度废气样品。静置平衡 40min，按上述同样方法以 0.5L/min 流量模拟采样 40min 即采集空气 20L，其对应的气体样品中氯苯类化合物浓度分别为 0.10mg/m³、0.5mg/m³、2.5mg/m³。

将采样管中活性炭、GDX-103 全部转移至 10ml 带塞试管中，加入 2.0ml 二硫化碳，超声解吸 3min，再静置约 30min。在上述气相色谱分析条件下进行连续测定，计算 6 次平行测定结果的标准偏差 S 和方法的精密度 RSD。

6.1.2.3 准确度及实际样品解吸液加标测定

在 3 组×6 支空白活性炭管中以 10 μ l、50 μ l 微量进样器定量加入 1000 μ g/ml 氯苯类标准混合溶液 2 μ l、20 μ l、100 μ l（即加入量 2.0 μ g、20.0 μ g、100 μ g），分别模拟低浓度、中等浓度和高浓度废气样品。静置平衡 40min，然后按照标准草案的方法，用硅橡胶管将活性炭管一端与采样器相联，吸附管另一端（即采样段）水平或垂直向上安放在采样位置，分别以 0.5L/min 流量模拟采样 40min 即采集空气 20L，其对应的气体样品中氯苯类化合物浓度分别为 0.10mg/m³、1.0mg/m³、5.0mg/m³。

另取 3 组×6 支空白 GDX-103 采样管中以 10 μ l、50 μ l 微量进样器定量加入 1000 μ g/ml 氯苯类标准混合溶液 2 μ l、10 μ l、50 μ l（即 2.0 μ g、10.0 μ g、50.0 μ g），分别模拟低浓度、中等浓度和高浓度废气样品。静置平衡 40min，按上述同样方法以 0.5L/min 流量模拟采样 40min 即采集空气 20L，其对应的气体样品中氯苯类化合物浓度分别为 0.10mg/m³、0.5mg/m³、2.5mg/m³。

将采样管中活性炭、GDX-103 吸附剂全部转移至 10ml 带塞试管中，各加入 2.0ml 二硫化碳，超声解吸 3min，再静置约 30min。在上述气相色谱分析条件下进行连续测定，计算氯苯类化合物加标样品的回收率。

按照标准草案的方法，在浙江上虞某化工厂固定污染源废气含氯苯类化合物的样品中，进行样品解析液基体加标试验，计算气体样品中氯苯类化合物各组分的浓度以及加标测定结果。

6.2 方法验证过程

筛选有资质的验证实验室，向验证实验室提供标准方法草案、验证方案、标准样品和验证报告格式。验证实验室按标准草案准备实验用品，在规定的时间内完成验证实验工作并反馈验证结果报告。在方法验证前，参加验证的分析人员已熟练掌握方法原理、操作步骤和流程。方法验证过程中所使用的试剂和材料、仪器和设备均符合相关要求。

6.3 方法验证结论

6.3.1 检出限和测定下限

当以活性炭作为采样吸附剂、大气样品采样体积为 20L 时，氯苯、一氯甲苯、二氯苯、三氯苯、四氯苯各组分的检出限为 0.02~0.03 mg/m³，测定下限为 0.08~0.2 mg/m³；选取 6 家实验室验证结果的最大值作为方法检出限和测定下限即为 0.03 mg/m³、0.2 mg/m³。

当以 GDX-103 作为采样吸附剂、大气样品采样体积为 20L 时，氯苯、一氯甲苯、二氯苯、三氯苯、四氯苯各组分的检出限为 0.02~0.05 mg/m³，测定下限为 0.08~0.2 mg/m³；即方法检出限为 0.05 mg/m³、测定下限为 0.2 mg/m³。

6.3.2 精密度

6 家实验室分别对以活性炭模拟采集的 6 组低浓度 (0.10mg/m³)、中等浓度 (1.0mg/m³) 和高浓度 (5.0mg/m³) 废气样品进行了测试：实验室内相对标准偏差分别为 2.0%~7.8%、1.0%~10.0%、0.35%~5.7%，实验室间相对标准偏差分别为 1.9%~10.0%、2.6%~7.2%、1.6%~11.1%，重复性限分别为 0.011~0.015mg/m³、0.053~0.20mg/m³、0.18~0.37mg/m³，再现性限分别为 0.012~0.030mg/m³、0.084~0.21mg/m³、0.36~1.3mg/m³。

6 家实验室分别对以 GDX-103 模拟采集的 6 组低浓度(0.10mg/m³)、中等浓度(1.0mg/m³) 和高浓度 (2.50mg/m³) 废气样品进行了测试：实验室内相对标准偏差分别为 0.5%~7.7%、0.9%~4.4%、1.2%~6.2%，实验室间相对标准偏差分别为 2.0%~11.8%、2.3%~7.8%、2.5%~4.8%，重复性限分别为 0.007~0.014mg/m³、0.022~0.045mg/m³、0.26~0.34mg/m³，再现性限分别为 0.015~0.084mg/m³、0.044~0.12mg/m³、0.31~0.45mg/m³。

6.3.3 准确度

6家实验室对以活性炭模拟采集的无组织排放监控点空气、污染源废气类型各6组样品分别加标 $0.10\text{mg}/\text{m}^3$ 、 $1.0\text{mg}/\text{m}^3$ 、 $5.0\text{mg}/\text{m}^3$ ，经采样、预处理和分析过程，13种氯苯类化合物的平均加标回收率为：氯苯 97.1%~107%，2-氯甲苯 96.0%~107%，3-氯甲苯 99.4%~108%，4-氯甲苯 96.1%~108%，1,3-二氯苯 94.0%~106%，1,4-二氯苯 94.1%~105%，1,2-二氯苯 91.2%~103%，1,3,5-三氯苯 94.1%~104%，1,2,4-三氯苯 86.7%~97.6%，1,2,3-三氯苯 82.0%~92.0%，1,2,3,5-四氯苯 74.0%~86.2%，1,2,4,5-四氯苯 81.1%~88.0%，1,2,3,4-四氯苯 66.1%~75.4%。

6家实验室对GDX-103采集的无组织排放监控点空气、污染源废气类型各6组样品分别加标 $0.10\text{mg}/\text{m}^3$ 、 $0.50\text{mg}/\text{m}^3$ 、 $2.50\text{mg}/\text{m}^3$ ，经采样、预处理和分析过程，13种氯苯类化合物的平均加标回收率为：氯苯 91.8%~105%，2-氯甲苯 94.8%~110%，3-氯甲苯 93.0%~110%，4-氯甲苯 95.1%~109%，1,3-二氯苯 90.0%~111%，1,4-二氯苯 93.6%~116%，1,2-二氯苯 90.9%~106%，1,3,5-三氯苯 87.1%~105%，1,2,4-三氯苯 89.6%~114%，1,2,3-三氯苯 93.8%~114%，1,2,3,5-四氯苯 89.2%~112%，1,2,4,5-四氯苯 89.9%~108%，1,2,3,4-四氯苯 97.9%~115%。

6.3.4 实际污染源废气样品

在所选4家企业实际污染源有组织排放废气不同温度、湿度条件下，氯苯类化合物在活性炭采样管上的加标回收率为52.2~101%（四氯苯组分回收率稍差）、GDX-103吸附剂上加标回收率为91.6~103%。

6.3.5 实际样品加标

6家实验室对固定污染源含氯苯类化合物废气样品解吸液基体加标试验，氯苯类化合物各组分的回收率在98.3~106%。

方法的检出限、重复性限和再现性限均满足国家标准制定相关质量控制要求。方法各项特性指标达到预期要求。

《方法验证报告》见附1。

7 新旧标准主要修订内容对照

HJ/T 39-1999、HJ/T 66-2001 主要修订内容对照见表31。

表 31 新旧标准主要修订内容对照表

序号	内容	HJ/T 39-1999	HJ/T 66-2001	新修订标准
1	适用范围	氯苯、1,4-二氯苯、1,2,4-三氯苯 3 种	同 HJ/T 39-1999	氯苯、氯甲苯、二氯苯、三氯苯、四氯苯等 13 种
2	方法检出限	1,4-二氯苯 0.4mg/m ³ (采样 120L、解吸液 3ml)	1,4-二氯苯 0.11mg/m ³ (采样体积 30L、解吸液 3ml)	活性炭吸附剂: 0.02~0.03mg/m ³ ; GDX-103: 0.02~0.05mg/m ³ (采样体积 20L、解吸液 1ml)
3	适用环境要素	固定污染源有组织排放 和无组织排放废气	同 HJ/T 39-1999	固定污染源废气 和无组织排放监控点空气
4	术语和定义	一系列苯的氯取代异构体的总称,在本标准中指氯苯、1,4-二氯苯、1,2,4-三氯苯测定结果的加和。	同 HJ/T 39-1999	无
5	方法原理	经疏水性富集剂 GDX-103 捕集后,乙醇解吸,气相色谱法测定。	经 GDX-502 吸附,二硫化碳解吸,气相色谱法测定。	经活性炭或 GDX-103 吸附剂富集后,用二硫化碳溶剂解吸,气相色谱测定。
6	采样吸附剂类型	GDX-103 (二乙烯苯和乙基苯乙烯共聚物)	GDX-502 (二乙烯苯、含氮极性单体共聚物)	活性炭或 GDX-103
7	分析仪器	气相色谱仪带氢火焰离子化检测器 (配置记录仪)	同 HJ/T 39-1999	气相色谱仪带氢火焰离子化检测器 (配置色谱数据工作站)
8	色谱柱	DB-1701 或 DB-1	SE-30 填充玻璃柱	DB-35 或 DB-INNOWAX

续表

序号	内容	HJ/T 39-1999	HJ/T 66-2001	新修订标准
9	采样装置	空气采样器	空气采样器	大气采样仪、烟气采样器
10	采样流量及体积	2.0~3.0L/min; 100~200L	0.5~1.0L/min; 10~20L	0.5~1.0L/min; 10~30L
11	样品保存期限	室温保存 2 天	常温避光保存 10 天	4℃冷藏保存 7 天
12	解吸溶剂/解吸方式	乙醇/浸泡解吸	二硫化碳/滴加溶剂、淋洗解吸	二硫化碳/浸泡解吸
13	定量参数	色谱峰峰高	色谱峰峰高	色谱峰峰面积
14	定量分析方法	校准曲线法	外标法（单点定量）或 绝对法（校准曲线法）	校准曲线法
15	结果计算	排放浓度、排放速率	排放浓度、排放速率	排放浓度
16	质量保证 和质量控制	未要求	未要求	包括采样前后流量检查、吸附剂解析效率测定、吸附剂空白水平测试、全程序空白样品试验、实验室空白样品试验、校准曲线核查、平行样测定等。
17	资料性附录	删除“附录 A 用 DB-1 毛细色谱柱作 辅助定性”	删除“附录 A 用 DNP+Bentane 填充色 谱柱作辅助定”	增加了“附录 A 方法的检出限和测定下限，附录 B 方法的精密度和准确度，附录 C 吸附剂解吸效率测定方法”

8 与开题报告的差异说明

8.1 开题时方法标准名称为《固定污染源排气 氯苯类的测定 气相色谱法》，2015年3月开题论证时论证委员会建议修改为《固定污染源废气 氯苯类化合物的测定 气相色谱法》；

8.2 开题报告时选用大气中氯苯类化合物的富集材料为环境监测实践中应用更广泛的活性炭采样管，方法验证过程中保留了原两个标准中选用的高分子多孔小球型GDX载体作为富集材料，供环境监测工作时实验室根据实际情况选择；

8.3 增加了采样流速和采样时间对氯苯类化合物在吸附剂上性能的试验，样品保存期限试验；

8.4 对可能共存的干扰物情况进行了研究。

9 参考文献

- [1] GB 3095-1996 《环境空气质量标准》 [S].
- [2] GB/T 18883-2002 《室内空气质量标准》 [S].
- [3] TJ 36-79 《工业企业设计卫生标准》 [S].
- [4] GB 16297-1996 《大气污染物综合排放标准》 [S].
- [5] GBZ 2.1-2007 《工作场所有害因素职业接触限值》 [S].
- [6] HJ/T 39-1999 固定污染源废气中氯苯类的测定 气相色谱法[S].
- [7] HJ/T 66-2001 大气固定污染源 氯苯类化合物的测定 气相色谱法[S].
- [8] 空气和废气监测分析方法. 第四版（增补版）[M].北京：中国环境科学出版社. 2008.
- [9] GBZ/T 160.47-2004 《工作场所空气有毒物质测定 卤代芳香烃类化合物》 [S].
- [10] Workplace air –Determination of vaporous aromatic hydrocarbons- Charcoal tube/solvent desorption/gas chromatographic method ISO 9487-1991.[S].
- [11] Method for the Determination of Volatile Organic Compounds in Ambient Air Using Tenax Gas Chromatography/Mass Spectrometer(GC/MS) METHOD TO 11984[S].
- [12] Method for the Determination of Volatile Organic Compounds in Ambient Air By Carbon Molecular Sieve Adsorption and Gas Chromatography /Mass Spectrometer(GC/MS) METHOD TO 2, 1984[S].
- [13] Determination of Volatile Organic Compounds in Ambient Air Using Active Sampling

Onto Sorbent Tubes METHOD TO17, 2009. [S].

[14] Determination Of Volatile Organic Compounds (VOCs) In Ambient Air Using Specially Prepared Canisters With Subsequent Analysis By Gas Chromatography METHOD TO14A.[S].

[15] Determination of Volatile Organic Compounds (VOCs) In Air Collected In Specially-Prepared Canisters And Analyzed By Gas Chromatography/Mass Spectrometry (GC/MS), EPA method TO15[S].

[16] Determination of Volatile Organic Chemicals in Atmospheres (Canister Sampling Methodology) 美国材料与测试协会 ASTM D5466[S].

[17] 许龙福.GDX-102GC柱测定空气中氯苯、苯和甲苯[J].理化检验-化学分册, 1999, 35(10),465;

[18] 肖上甲, 余雪林, 熊剑娟, 等.气相色谱法测定空气中邻二甲苯[J].职业与健康, 1999,15(9),25-26;

[19] 叶能权, 童映芳, 陈利平.炭管-气相色谱法测定空气中1,2,4-三氯苯[J].中华预防医学杂志, 1999,33(6),377-378;

[20] 杨丽莉等, Tenax富集-毛细管气相色谱法同时测定环境空气中12种氯苯类化合物[J].《安全与环境学报》2007,7(1), 104-106.

[21] 丁宇, 周睿, 劳宝法. 热脱附-ECD气相色谱法测定室内空气中五种氯苯类化合物[J].《中国卫生检验杂志》2011,21(1), 21-25.

[22] 肖珊美, 何桂英, 陈章跃. 苏码罐采样预浓缩-GC-MS测定空气中的挥发性有机化合物[J].《光谱实验室》2006,23(1), 671-675.

[23] 胡锋等, 吹扫捕集/毛细管气相色谱-质谱法同时测定生活饮用水中12种氯苯类化合物的研究,《干旱环境监测》2014,28(4), 178-181.

[24] 许行义主编. 气相色谱法在环境监测中的应用 [M].北京: 化学工业出版社. 2012.

[25] HJ 168-2010 环境监测分析方法标准制修订技术导则[S].

方法验证报告

方法名称：固定污染源废气 氯苯类化合物的测定 气相色谱法

项目主编单位：浙江省环境监测中心

验证单位：杭州市环境监测中心站、宁波市环境监测中心、

绍兴市环境监测中心站、湖州市环境保护监测中心站、

嘉兴市环境保护监测站、杭州市萧山区环境监测站

项目负责人及职称：许行义 教授级高工

通讯地址：浙江省杭州市学院路 117 号 电话：0571-89975337

报告编写人及职称：许行义 教授级高工 许亚璐 工程师

报告日期：2017 年 9 月 28 日

按照《环境监测分析方法标准制修订技术导则》(HJ168-2010)的要求,组织6家有资质的实验室对《固定污染源废气 氯苯类化合物的测定 气相色谱法》进行方法验证。其中实验室1为杭州市环境监测中心站、实验室2为宁波市环境监测中心、实验室3为绍兴市环境监测中心站、实验室4为湖州市环境保护监测中心站、实验室5为嘉兴市环境保护监测站、实验室6为杭州市萧山区环境监测站,各实验室均通过了省级计量认证,各家实验室均采用与标准编制单位相同的样品前处理条件和仪器参数进行验证实验。

1 原始测试数据

1.1 实验室基本情况

附表1 参加验证的人员情况登记表

方法验证单位	验证人员	性别	年龄	验证人员 职称	所学专业	参加分析 工作年限
杭州市环境监测中心站	阮东德	男	30	工程师	应用化学	9
	唐仿良	男	51	教授级高工	环境科学	25
宁波市环境监测中心	汪晟乐	男	28	助理工程师	环境化学	6
	袁方	女	28	助理工程师	化学	3
	钱飞中	男	39	高工	环境化学	20
绍兴市环境监测中心站	韩英	女	33	工程师	化学	8
	徐锋	男	37	高工	环境科学	16
湖州市环境保护监测中心站	毕京博	男	33	工程师	环境保护	9
	费勇	男	36	高工	分析化学	16
嘉兴市环境保护监测站	胡文凌	女	34	工程师	分析化学	9
	江胜良	男	31	助理工程师	分析化学	4
杭州市萧山区环境监测站	陈金汉	男	33	工程师	化学工程与工艺	10
	蒋佳绮	女	24	助理工程师	应用化学	3
浙江省环境监测中心	许行义	男	55	教授级高工	分析化学	36
	许亚璐	女	27	工程师	化学	5
	钟光剑	男	36	工程师	环境监测	14

附表 2 参加验证单位仪器情况登记表

方法验证单位	仪器名称	规格型号	仪器出厂编号	性能状况
杭州市环境监测中心站	气相色谱仪	Agilent 6890	US00041132	良好
	大气采样器	众瑞 ZR-3500		良好
宁波市环境监测中心	气相色谱仪	Agilent 6890	US00032278	良好
	大气采样器	明华电子 MH1200-B		良好
绍兴市环境监测中心站	气相色谱仪	Agilent 7890B	US10243135	良好
	大气采样器	崂应 2020		良好
湖州市环境保护监测中心站	气相色谱仪	Agilent 7890A	US10844007	良好
	大气采样器	明华电子 MH1200-B		良好
嘉兴市环境保护监测站	气相色谱仪	Varian CP3800		良好
	大气采样器	崂应 2020		良好
杭州市萧山区环境监测站	气相色谱仪	Agilent 6890N	US10415053	良好
	大气采样器	崂应 2020		良好
浙江省环境监测中心	气相色谱仪	Agilent 7890A	US10921010	良好
	四路大气采样器	恒达 ZC-Q 0022		良好

附表 3 参加验证单位试剂及溶剂情况登记表

方法验证单位	试剂及溶剂名称	生产厂家、规格	纯化处理方法
杭州市环境监测中心站	二硫化碳	CNW 科技	/
	活性炭采样管	江苏盐城鑫宝科技	
宁波市环境监测中心	二硫化碳	MERCK , ACS	/
	活性炭吸附管	江苏盐城超宇电子	
绍兴市环境监测中心站	二硫化碳	CNW 科技	/
	活性炭吸附管	北京劳保院	
湖州市环保监测中心站	二硫化碳	CNW 科技	/
	活性炭吸附管	北京劳保院	
嘉兴市环境保护监测站	二硫化碳	CNW 科技	/
	活性炭吸附管	江苏盐城鑫宝科技	
杭州市萧山区环境监测站	二硫化碳	上海安谱（低苯级）	/
	活性炭吸附管	北京劳保院, 100/50mg	
浙江省环境监测中心	二硫化碳	CNW 科技	/
	活性炭采样管	江苏盐城鑫宝科技	/
	GDX-103 采样管	盐城科源电子仪器	

1.2 方法检出限、测定下限测试数据

按照 HJ168 的检出限确定方法，对 6 家实验室以活性炭采样管和 GDX-103 采样管模拟采集废气样品中氯苯类化合物（浓度 0.10mg/m³）的检出限和测定下限数据进行汇总，见附表 4.1~4.6、4.7~4.12。

附表 4.1 方法检出限、测定下限测试数据（活性炭为吸附剂时）

验证单位：杭州市环境监测中心站

化合物名称	氯苯	2-氯甲苯	3-氯甲苯	4-氯甲苯	1,3-二氯苯	1,4-二氯苯	1,2-二氯苯	1,3,5-三氯苯	1,2,4-三氯苯	1,2,3-三氯苯	1,2,3,5-四氯苯	1,2,4,5-四氯苯	1,2,3,4-四氯苯	
测定结果 (mg/m ³)	1	0.109	0.108	0.106	0.108	0.097	0.096	0.091	0.093	0.102	0.093	0.091	0.090	0.076
	2	0.111	0.110	0.109	0.109	0.097	0.097	0.094	0.094	0.103	0.092	0.091	0.089	0.076
	3	0.103	0.103	0.100	0.103	0.091	0.091	0.089	0.089	0.097	0.088	0.087	0.084	0.072
	4	0.105	0.104	0.102	0.104	0.092	0.092	0.090	0.090	0.098	0.089	0.086	0.085	0.073
	5	0.100	0.099	0.098	0.097	0.087	0.087	0.085	0.086	0.093	0.084	0.082	0.082	0.070
	6	0.103	0.102	0.100	0.102	0.091	0.091	0.087	0.086	0.097	0.087	0.084	0.082	0.071
	7	0.100	0.098	0.096	0.098	0.087	0.087	0.085	0.085	0.093	0.085	0.081	0.080	0.070
平均值 \bar{x}_1 (mg/m ³)	0.104	0.103	0.102	0.103	0.092	0.092	0.089	0.089	0.098	0.088	0.086	0.085	0.073	
标准偏差 S_1 (mg/m ³)	0.004	0.004	0.005	0.005	0.004	0.004	0.003	0.003	0.004	0.003	0.004	0.004	0.003	
t 值	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	
检出限(mg/m ³)	0.013	0.014	0.014	0.014	0.013	0.012	0.011	0.011	0.012	0.011	0.012	0.012	0.008	
测定下限(mg/m ³)	0.053	0.055	0.057	0.057	0.052	0.050	0.043	0.043	0.048	0.043	0.049	0.047	0.033	

附表 4.2 方法检出限、测定下限测试数据（活性炭为吸附剂时）

验证单位：宁波市环境监测中心

化合物名称		氯苯	2-氯甲苯	3-氯甲苯	4-氯甲苯	1,3-二氯苯	1,4-二氯苯	1,2-二氯苯	1,3,5-三氯苯	1,2,4-三氯苯	1,2,3-三氯苯	1,2,3,5-四氯苯	1,2,4,5-四氯苯	1,2,3,4-四氯苯
测定结果 (mg/m ³)	1	0.091	0.090	0.088	0.093	0.089	0.089	0.088	0.090	0.083	0.084	0.080	0.079	0.067
	2	0.090	0.092	0.092	0.092	0.096	0.088	0.088	0.089	0.086	0.082	0.081	0.079	0.070
	3	0.088	0.090	0.089	0.093	0.092	0.089	0.087	0.089	0.086	0.082	0.080	0.081	0.070
	4	0.091	0.093	0.087	0.094	0.091	0.090	0.087	0.092	0.084	0.083	0.083	0.080	0.067
	5	0.102	0.101	0.102	0.106	0.104	0.101	0.098	0.101	0.096	0.092	0.089	0.088	0.078
	6	0.097	0.100	0.097	0.101	0.103	0.097	0.095	0.097	0.092	0.089	0.086	0.085	0.073
	7	0.099	0.100	0.099	0.103	0.102	0.099	0.096	0.099	0.094	0.091	0.089	0.089	0.077
平均值 \bar{X}_2 (mg/m ³)		0.094	0.095	0.093	0.097	0.097	0.093	0.091	0.094	0.089	0.086	0.084	0.083	0.072
标准偏差 S_2 (mg/m ³)		0.0053	0.0053	0.0060	0.0055	0.0062	0.0054	0.0050	0.0050	0.0051	0.0043	0.0038	0.0042	0.0046
t 值		3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14
检出限(mg/m ³)		0.017	0.017	0.019	0.017	0.019	0.017	0.016	0.016	0.016	0.013	0.012	0.013	0.014
测定下限(mg/m ³)		0.066	0.066	0.075	0.069	0.077	0.068	0.062	0.063	0.064	0.054	0.048	0.052	0.058

附表 4.3 方法检出限、测定下限测试数据（活性炭为吸附剂时）

验证单位：绍兴市环境监测中心

化合物名称		氯苯	2-氯甲苯	3-氯甲苯	4-氯甲苯	1,3-二氯苯	1,4-二氯苯	1,2-二氯苯	1,3,5-三氯苯	1,2,4-三氯苯	1,2,3-三氯苯	1,2,3,5-四氯苯	1,2,4,5-四氯苯	1,2,3,4-四氯苯
测定结果 (mg/m ³)	1	0.119	0.114	0.109	0.113	0.112	0.108	0.110	0.117	0.101	0.096	0.097	0.092	0.097
	2	0.098	0.090	0.090	0.099	0.094	0.095	0.082	0.110	0.087	0.080	0.079	0.078	0.079
	3	0.110	0.101	0.106	0.104	0.104	0.105	0.092	0.114	0.097	0.090	0.087	0.087	0.087
	4	0.101	0.092	0.096	0.098	0.097	0.098	0.084	0.110	0.088	0.082	0.080	0.079	0.080
	5	0.104	0.096	0.100	0.100	0.100	0.102	0.088	0.113	0.092	0.086	0.082	0.082	0.082
	6	0.110	0.102	0.105	0.106	0.105	0.104	0.095	0.114	0.097	0.088	0.085	0.085	0.085
	7	0.105	0.098	0.102	0.100	0.100	0.101	0.090	0.108	0.092	0.087	0.084	0.084	0.084
平均值 \bar{x}_3 (mg/m ³)		0.107	0.099	0.101	0.103	0.102	0.102	0.090	0.112	0.093	0.087	0.085	0.084	0.085
标准偏差 S_3 (mg/m ³)		0.0070	0.0079	0.0065	0.0053	0.0059	0.0044	0.0065	0.0031	0.0051	0.0053	0.0060	0.0048	0.0060
t 值		3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14
检出限(mg/m ³)		0.022	0.025	0.020	0.017	0.019	0.014	0.020	0.010	0.016	0.017	0.019	0.015	0.019
测定下限(mg/m ³)		0.088	0.100	0.082	0.067	0.074	0.055	0.082	0.039	0.064	0.066	0.076	0.060	0.076

附表 4.4 方法检出限、测定下限测试数据（活性炭为吸附剂时）

验证单位：湖州市环境保护监测中心站

化合物名称	氯苯	2-氯甲苯	3-氯甲苯	4-氯甲苯	1,3-二氯苯	1,4-二氯苯	1,2-二氯苯	1,3,5-三氯苯	1,2,4-三氯苯	1,2,3-三氯苯	1,2,3,5-四氯苯	1,2,4,5-四氯苯	1,2,3,4-四氯苯	
测定结果 (mg/m ³)	1	0.114	0.113	0.115	0.110	0.105	0.105	0.105	0.102	0.100	0.091	0.090	0.089	0.076
	2	0.098	0.098	0.097	0.095	0.090	0.091	0.091	0.087	0.086	0.080	0.079	0.077	0.067
	3	0.107	0.107	0.107	0.105	0.098	0.099	0.100	0.093	0.093	0.086	0.082	0.079	0.068
	4	0.101	0.100	0.100	0.099	0.092	0.094	0.094	0.088	0.087	0.081	0.077	0.075	0.066
	5	0.110	0.110	0.109	0.108	0.101	0.103	0.102	0.098	0.096	0.090	0.087	0.085	0.072
	6	0.105	0.105	0.105	0.102	0.098	0.097	0.098	0.093	0.092	0.086	0.083	0.080	0.070
	7	0.103	0.103	0.104	0.100	0.093	0.095	0.096	0.090	0.090	0.084	0.082	0.080	0.069
平均值 \bar{x}_4 (mg/m ³)	0.105	0.105	0.105	0.103	0.097	0.098	0.098	0.093	0.092	0.085	0.083	0.081	0.070	
标准偏差 S_4 (mg/m ³)	0.0054	0.0053	0.0059	0.0053	0.0053	0.0050	0.0048	0.0054	0.0049	0.0042	0.0045	0.0048	0.0034	
t 值	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	
检出限(mg/m ³)	0.017	0.017	0.019	0.017	0.017	0.016	0.015	0.017	0.016	0.013	0.014	0.015	0.011	
测定下限(mg/m ³)	0.068	0.068	0.076	0.068	0.068	0.064	0.060	0.068	0.064	0.052	0.056	0.060	0.044	

附表 4.5 方法检出限、测定下限测试数据（活性炭为吸附剂时）

验证单位：嘉兴市环境保护监测站

化合物名称		氯苯	2-氯甲苯	3-氯甲苯	4-氯甲苯	1,3-二氯苯	1,4-二氯苯	1,2-二氯苯	1,3,5-三氯苯	1,2,4-三氯苯	1,2,3-三氯苯	1,2,3,5-四氯苯	1,2,4,5-四氯苯	1,2,3,4-四氯苯
测定结果 (mg/m ³)	1	0.124	0.123	0.121	0.121	0.120	0.118	0.114	0.120	0.109	0.105	0.100	0.093	0.083
	2	0.111	0.110	0.105	0.110	0.105	0.105	0.102	0.107	0.099	0.094	0.089	0.084	0.077
	3	0.112	0.111	0.109	0.104	0.107	0.108	0.104	0.110	0.100	0.096	0.091	0.084	0.079
	4	0.124	0.121	0.119	0.122	0.118	0.117	0.113	0.119	0.107	0.103	0.097	0.092	0.082
	5	0.114	0.112	0.109	0.112	0.108	0.109	0.105	0.109	0.100	0.096	0.094	0.086	0.080
	6	0.115	0.114	0.112	0.112	0.110	0.110	0.106	0.112	0.102	0.098	0.093	0.085	0.079
	7	0.115	0.113	0.108	0.115	0.109	0.109	0.105	0.112	0.103	0.098	0.094	0.091	0.080
平均值 \bar{X}_5 (mg/m ³)		0.116	0.115	0.112	0.114	0.111	0.111	0.107	0.113	0.103	0.099	0.094	0.088	0.080
标准偏差 S_5 (mg/m ³)		0.0054	0.0051	0.0060	0.0063	0.0057	0.0048	0.0046	0.0050	0.0038	0.0040	0.0037	0.0040	0.0020
t 值		3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14
检出限(mg/m ³)		0.017	0.016	0.019	0.020	0.018	0.015	0.015	0.016	0.012	0.013	0.011	0.012	0.006
测定下限(mg/m ³)		0.068	0.064	0.075	0.079	0.072	0.060	0.058	0.062	0.048	0.050	0.046	0.050	0.025

附表 4.6 方法检出限、测定下限测试数据（活性炭为吸附剂时）

验证单位：杭州市萧山区环境监测站

化合物名称		氯苯	2- 氯甲苯	3- 氯甲苯	4- 氯甲苯	1,3- 二氯苯	1,4- 二氯苯	1,2- 二氯苯	1,3,5- 三氯苯	1,2,4- 三氯苯	1,2,3- 三氯苯	1,2,3,5- 四氯苯	1,2,4,5- 四氯苯	1,2,3,4- 四氯苯
测定结果 (mg/m ³)	1	0.095	0.097	0.096	0.097	0.094	0.094	0.092	0.091	0.088	0.080	0.079	0.078	0.066
	2	0.100	0.101	0.102	0.101	0.098	0.099	0.096	0.095	0.091	0.085	0.082	0.082	0.070
	3	0.102	0.102	0.102	0.104	0.100	0.100	0.097	0.097	0.092	0.086	0.084	0.083	0.070
	4	0.101	0.102	0.102	0.102	0.098	0.099	0.096	0.095	0.093	0.086	0.084	0.082	0.069
	5	0.101	0.102	0.102	0.101	0.099	0.099	0.096	0.096	0.094	0.086	0.083	0.084	0.072
	6	0.096	0.098	0.096	0.097	0.094	0.094	0.091	0.091	0.088	0.081	0.079	0.079	0.068
	7	0.100	0.101	0.101	0.100	0.098	0.098	0.096	0.095	0.091	0.085	0.083	0.082	0.070
平均值 \bar{X}_6 (mg/m ³)		0.099	0.100	0.100	0.100	0.097	0.097	0.095	0.094	0.091	0.084	0.082	0.081	0.069
标准偏差 S_6 (mg/m ³)		0.0028	0.0022	0.0027	0.0024	0.0023	0.0024	0.0024	0.0024	0.0022	0.0024	0.0020	0.0020	0.0020
t 值		3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14
检出限(mg/m ³)		0.009	0.007	0.009	0.008	0.007	0.008	0.007	0.008	0.007	0.008	0.006	0.006	0.006
测定下限(mg/m ³)		0.035	0.027	0.034	0.030	0.029	0.030	0.030	0.030	0.028	0.030	0.025	0.025	0.025

附表 4.7 方法检出限、测定下限测试数据 (GDX-103 为吸附剂时)

验证单位: 杭州市环境监测中心站

化合物名称		氯苯	2-氯甲苯	3-氯甲苯	4-氯甲苯	1,3-二氯苯	1,4-二氯苯	1,2-二氯苯	1,3,5-三氯苯	1,2,4-三氯苯	1,2,3-三氯苯	1,2,3,5-四氯苯	1,2,4,5-四氯苯	1,2,3,4-四氯苯
测定结果 (mg/m ³)	1	0.108	0.111	0.111	0.109	0.088	0.108	0.104	0.104	0.092	0.100	0.119	0.108	0.120
	2	0.107	0.113	0.113	0.113	0.090	0.109	0.104	0.101	0.090	0.095	0.119	0.102	0.122
	3	0.102	0.110	0.113	0.113	0.091	0.110	0.105	0.099	0.090	0.094	0.115	0.105	0.114
	4	0.106	0.110	0.110	0.109	0.091	0.106	0.100	0.101	0.099	0.098	0.110	0.098	0.120
	5	0.104	0.108	0.110	0.107	0.090	0.103	0.099	0.101	0.094	0.096	0.107	0.100	0.109
	6	0.098	0.105	0.107	0.105	0.090	0.104	0.099	0.100	0.098	0.093	0.101	0.095	0.106
	7	0.095	0.091	0.092	0.091	0.082	0.090	0.083	0.094	0.081	0.079	0.093	0.084	0.099
平均值 \bar{x}_1 (mg/m ³)		0.103	0.107	0.108	0.107	0.089	0.104	0.099	0.100	0.092	0.093	0.109	0.099	0.113
标准偏差 S_1 (mg/m ³)		0.0049	0.0073	0.0072	0.0076	0.0031	0.0068	0.0075	0.0033	0.0060	0.0069	0.0094	0.0077	0.0085
t 值		3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14
检出限(mg/m ³)		0.015	0.023	0.023	0.024	0.010	0.021	0.024	0.010	0.019	0.022	0.030	0.024	0.027
测定下限(mg/m ³)		0.062	0.092	0.091	0.095	0.039	0.085	0.094	0.041	0.076	0.087	0.118	0.096	0.106

附表 4.8 方法检出限、测定下限测试数据 (GDX-103 为吸附剂时)

验证单位: 宁波市环境监测中心

化合物名称		氯苯	2-氯甲苯	3-氯甲苯	4-氯甲苯	1,3-二氯苯	1,4-二氯苯	1,2-二氯苯	1,3,5-三氯苯	1,2,4-三氯苯	1,2,3-三氯苯	1,2,3,5-四氯苯	1,2,4,5-四氯苯	1,2,3,4-四氯苯
测定结果 (mg/m ³)	1	0.094	0.092	0.102	0.104	0.099	0.103	0.106	0.096	0.097	0.102	0.097	0.098	0.104
	2	0.112	0.108	0.121	0.122	0.118	0.118	0.127	0.113	0.114	0.119	0.112	0.113	0.118
	3	0.096	0.096	0.104	0.104	0.099	0.104	0.099	0.092	0.097	0.101	0.094	0.095	0.100
	4	0.095	0.095	0.107	0.106	0.101	0.106	0.101	0.092	0.097	0.099	0.092	0.093	0.095
	5	0.096	0.095	0.104	0.103	0.098	0.100	0.098	0.092	0.095	0.099	0.092	0.091	0.096
	6	0.096	0.101	0.107	0.108	0.105	0.110	0.103	0.098	0.102	0.106	0.102	0.101	0.106
	7	0.095	0.097	0.104	0.105	0.101	0.104	0.114	0.098	0.099	0.104	0.098	0.100	0.103
平均值 \bar{X}_2 (mg/m ³)		0.098	0.098	0.107	0.108	0.103	0.107	0.107	0.097	0.100	0.104	0.098	0.099	0.103
标准偏差 S_2 (mg/m ³)		0.0064	0.0052	0.0063	0.0066	0.0069	0.0061	0.0101	0.0075	0.0065	0.0069	0.0069	0.0071	0.0076
t 值		3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14
检出限(mg/m ³)		0.020	0.016	0.020	0.021	0.022	0.019	0.032	0.024	0.020	0.022	0.022	0.022	0.024
测定下限(mg/m ³)		0.081	0.066	0.079	0.083	0.086	0.076	0.127	0.095	0.082	0.087	0.087	0.090	0.095

附表 4.9 方法检出限、测定下限测试数据 (GDX-103 为吸附剂时)

验证单位: 绍兴市环境监测中心

化合物名称		氯苯	2-氯甲苯	3-氯甲苯	4-氯甲苯	1,3-二氯苯	1,4-二氯苯	1,2-二氯苯	1,3,5-三氯苯	1,2,4-三氯苯	1,2,3-三氯苯	1,2,3,5-四氯苯	1,2,4,5-四氯苯	1,2,3,4-四氯苯
测定结果 (mg/m ³)	1	0.110	0.110	0.113	0.111	0.117	0.122	0.108	0.115	0.122	0.121	0.119	0.112	0.121
	2	0.099	0.107	0.113	0.107	0.116	0.121	0.106	0.110	0.120	0.121	0.117	0.110	0.117
	3	0.100	0.101	0.105	0.099	0.112	0.115	0.100	0.105	0.113	0.113	0.111	0.105	0.113
	4	0.101	0.099	0.107	0.103	0.109	0.115	0.099	0.101	0.110	0.110	0.106	0.102	0.108
	5	0.101	0.103	0.109	0.105	0.111	0.117	0.100	0.107	0.114	0.116	0.113	0.108	0.115
	6	0.103	0.107	0.112	0.104	0.113	0.120	0.105	0.111	0.119	0.119	0.118	0.111	0.119
	7	0.096	0.094	0.099	0.093	0.103	0.107	0.092	0.098	0.108	0.105	0.106	0.098	0.108
平均值 \bar{x}_3 (mg/m ³)		0.101	0.103	0.108	0.103	0.112	0.117	0.102	0.106	0.115	0.115	0.113	0.106	0.115
标准偏差 S_3 (mg/m ³)		0.0043	0.0054	0.0053	0.0055	0.0047	0.0051	0.0053	0.0059	0.0052	0.0062	0.0055	0.0053	0.0050
t 值		3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14
检出限(mg/m ³)		0.013	0.017	0.017	0.017	0.015	0.016	0.017	0.018	0.016	0.019	0.017	0.017	0.016
测定下限(mg/m ³)		0.054	0.068	0.067	0.069	0.059	0.064	0.066	0.074	0.065	0.077	0.069	0.066	0.063

附表 4.10 方法检出限、测定下限测试数据 (GDX-103 为吸附剂时)

验证单位: 湖州市环境保护监测中心站

化合物名称	氯苯	2-氯甲苯	3-氯甲苯	4-氯甲苯	1,3-二氯苯	1,4-二氯苯	1,2-二氯苯	1,3,5-三氯苯	1,2,4-三氯苯	1,2,3-三氯苯	1,2,3,5-四氯苯	1,2,4,5-四氯苯	1,2,3,4-四氯苯	
测定结果 (mg/m ³)	1	0.093	0.097	0.104	0.093	0.100	0.103	0.095	0.091	0.150	0.098	0.099	0.099	0.098
	2	0.095	0.107	0.116	0.106	0.110	0.117	0.108	0.107	0.151	0.117	0.117	0.111	0.113
	3	0.096	0.099	0.107	0.099	0.105	0.108	0.101	0.097	0.128	0.101	0.101	0.097	0.098
	4	0.099	0.097	0.104	0.101	0.100	0.105	0.097	0.094	0.125	0.098	0.099	0.094	0.093
	5	0.098	0.097	0.108	0.097	0.100	0.104	0.096	0.092	0.117	0.097	0.097	0.094	0.094
	6	0.095	0.097	0.104	0.097	0.100	0.106	0.098	0.096	0.114	0.098	0.099	0.092	0.094
	7	0.097	0.098	0.106	0.096	0.102	0.104	0.097	0.095	0.115	0.099	0.104	0.097	0.094
平均值 \bar{x}_4 (mg/m ³)	0.096	0.099	0.107	0.098	0.102	0.107	0.099	0.096	0.129	0.101	0.102	0.098	0.098	
标准偏差 S_4 (mg/m ³)	0.0019	0.0038	0.0043	0.0039	0.0038	0.0048	0.0045	0.0052	0.0158	0.0070	0.0068	0.0062	0.0071	
t 值	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	
检出限(mg/m ³)	0.006	0.012	0.013	0.012	0.012	0.015	0.014	0.016	0.049	0.022	0.021	0.019	0.022	
测定下限(mg/m ³)	0.024	0.047	0.053	0.049	0.048	0.061	0.057	0.066	0.198	0.088	0.086	0.078	0.090	

附表 4.11 方法检出限、测定下限测试数据 (GDX-103 为吸附剂时)

验证单位: 嘉兴市环境保护监测站

化合物名称		氯苯	2- 氯甲苯	3- 氯甲苯	4- 氯甲苯	1,3- 二氯苯	1,4- 二氯苯	1,2- 二氯苯	1,3,5- 三氯苯	1,2,4- 三氯苯	1,2,3- 三氯苯	1,2,3,5- 四氯苯	1,2,4,5- 四氯苯	1,2,3,4- 四氯苯
测定结果 (mg/m ³)	1	0.093	0.093	0.100	0.092	0.104	0.109	0.099	0.101	0.109	0.106	0.108	0.101	0.106
	2	0.099	0.102	0.106	0.101	0.104	0.109	0.098	0.101	0.110	0.107	0.107	0.104	0.104
	3	0.098	0.096	0.103	0.099	0.101	0.103	0.093	0.096	0.103	0.103	0.102	0.100	0.103
	4	0.096	0.093	0.102	0.094	0.098	0.104	0.092	0.093	0.102	0.100	0.099	0.098	0.098
	5	0.099	0.099	0.108	0.096	0.104	0.107	0.095	0.099	0.107	0.105	0.106	0.101	0.106
	6	0.098	0.099	0.109	0.101	0.107	0.110	0.097	0.101	0.110	0.110	0.109	0.106	0.109
	7	0.089	0.088	0.094	0.090	0.093	0.097	0.085	0.089	0.098	0.095	0.096	0.092	0.096
平均值 \bar{X}_5 (mg/m ³)		0.096	0.096	0.103	0.096	0.101	0.106	0.094	0.097	0.106	0.104	0.104	0.100	0.103
标准偏差 S_5 (mg/m ³)		0.0040	0.0050	0.0048	0.0040	0.0043	0.0046	0.0052	0.0048	0.0046	0.0048	0.0049	0.0042	0.0042
t 值		3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14
检出限(mg/m ³)		0.013	0.016	0.015	0.013	0.014	0.014	0.016	0.015	0.014	0.015	0.015	0.013	0.013
测定下限(mg/m ³)		0.050	0.063	0.060	0.050	0.054	0.057	0.065	0.061	0.057	0.060	0.061	0.053	0.052

附表 4.12 方法检出限、测定下限测试数据 (GDX-103 为吸附剂时)

验证单位: 杭州市萧山区环境监测站

化合物名称		氯苯	2- 氯甲苯	3- 氯甲苯	4- 氯甲苯	1,3- 二氯苯	1,4- 二氯苯	1,2- 二氯苯	1,3,5- 三氯苯	1,2,4- 三氯苯	1,2,3- 三氯苯	1,2,3,5- 四氯苯	1,2,4,5- 四氯苯	1,2,3,4- 四氯苯
测定结果 (mg/m ³)	1	0.101	0.104	0.114	0.108	0.117	0.120	0.106	0.110	0.115	0.118	0.115	0.113	0.119
	2	0.097	0.107	0.111	0.107	0.112	0.115	0.104	0.107	0.114	0.115	0.112	0.111	0.114
	3	0.096	0.098	0.103	0.103	0.101	0.104	0.093	0.095	0.102	0.104	0.100	0.098	0.104
	4	0.096	0.098	0.104	0.098	0.102	0.106	0.087	0.098	0.101	0.103	0.096	0.097	0.103
	5	0.097	0.099	0.100	0.098	0.102	0.104	0.093	0.097	0.102	0.103	0.099	0.099	0.104
	6	0.097	0.102	0.101	0.095	0.103	0.109	0.095	0.100	0.106	0.106	0.102	0.102	0.107
	7	0.096	0.094	0.098	0.097	0.098	0.103	0.094	0.097	0.102	0.100	0.095	0.096	0.102
平均值 \bar{X}_6 (mg/m ³)		0.097	0.100	0.104	0.101	0.105	0.109	0.096	0.101	0.106	0.107	0.103	0.102	0.108
标准偏差 S_6 (mg/m ³)		0.0020	0.0044	0.0060	0.0049	0.0070	0.0064	0.0067	0.0058	0.0060	0.0068	0.0078	0.0069	0.0064
t 值		3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14	3.14
检出限(mg/m ³)		0.006	0.014	0.019	0.015	0.022	0.020	0.021	0.018	0.019	0.021	0.024	0.022	0.020
测定下限(mg/m ³)		0.025	0.055	0.075	0.062	0.088	0.081	0.085	0.073	0.075	0.085	0.098	0.087	0.081

1.3 方法精密度测试数据

在 3 组×6 支空白活性炭管中定量加入不同量的氯苯类混合标准溶液，分别模拟低浓度（ $0.10\text{mg}/\text{m}^3$ ）、中等浓度（ $1.0\text{mg}/\text{m}^3$ ）和高浓度（ $5.0\text{mg}/\text{m}^3$ ）废气样品，以 $0.5\text{L}/\text{min}$ 流量模拟大气采样 40min（即采用体积 20L），样品采毕密封采样管两端带回实验室进行气相色谱测定，计算测定结果平均值、标准偏差和相对标准偏差。6 家实验室测试数据和精密度数据分别见附表 5.1~5.6。

另取 3 组×6 支空白 GDX-103 采样管中定量加入不同量的氯苯类混合标准溶液，分别作为低浓度（ $0.10\text{mg}/\text{m}^3$ ）、中等浓度（ $0.50\text{mg}/\text{m}^3$ ）和高浓度（ $2.5\text{mg}/\text{m}^3$ ）废气样品，以 $0.5\text{L}/\text{min}$ 流量模拟大气采样 40min（即采用体积 20L），样品采毕密封采样管两端带回实验室进行气相色谱测定，计算测定结果平均值、标准偏差和相对标准偏差。6 家实验室测试数据和精密度数据分别见附表 5.7~5.12。

附表 5.1 方法精密度测试数据（活性炭为吸附剂时）

验证单位：杭州市环境监测中心站

化合物名称	氯苯	2-氯甲苯	3-氯甲苯	4-氯甲苯	1,3-二氯苯	1,4-二氯苯	1,2-二氯苯	1,3,5-三氯苯	1,2,4-三氯苯	1,2,3-三氯苯	1,2,3,5-四氯苯	1,2,4,5-四氯苯	1,2,3,4-四氯苯	
低浓度样品 (0.10mg/m ³)														
测定结果 (mg/m ³)	1	0.109	0.108	0.106	0.108	0.097	0.096	0.091	0.093	0.102	0.093	0.091	0.090	0.076
	2	0.111	0.110	0.109	0.109	0.097	0.097	0.094	0.094	0.103	0.092	0.091	0.089	0.076
	3	0.103	0.103	0.100	0.103	0.091	0.091	0.089	0.089	0.097	0.088	0.087	0.084	0.072
	4	0.105	0.104	0.102	0.104	0.092	0.092	0.090	0.090	0.098	0.089	0.086	0.085	0.073
	5	0.100	0.099	0.098	0.097	0.087	0.087	0.085	0.086	0.093	0.084	0.082	0.082	0.070
	6	0.103	0.102	0.100	0.102	0.091	0.091	0.087	0.086	0.097	0.087	0.084	0.082	0.071
平均值 \bar{X}_i (mg/m ³)	0.105	0.104	0.103	0.104	0.092	0.092	0.089	0.090	0.098	0.089	0.087	0.085	0.073	
标准偏差 S_i (mg/m ³)	0.004	0.004	0.004	0.004	0.004	0.004	0.003	0.003	0.004	0.003	0.004	0.004	0.003	
相对标准偏差 RSD_i	3.9	3.9	4.1	4.2	4.1	4.1	3.6	3.6	3.7	3.8	4.0	4.2	3.5	
中等浓度样品 (1.0mg/m ³)														
测定结果 (mg/m ³)	1	1.00	1.00	1.03	1.00	1.10	0.998	0.983	0.993	0.924	0.874	0.855	0.852	0.733
	2	0.982	0.995	1.01	1.01	1.00	0.984	0.906	0.879	0.926	0.875	0.865	0.862	0.745
	3	1.17	1.18	1.21	1.17	1.18	1.17	1.15	1.16	1.07	1.00	0.968	0.962	0.822
	4	1.10	1.11	1.12	1.13	1.12	1.11	1.09	1.10	1.01	0.951	0.920	0.916	0.783
	5	1.11	1.12	1.13	1.13	1.13	1.12	1.10	1.11	1.02	0.967	0.943	0.941	0.806
	6	1.05	1.06	1.09	1.05	1.06	1.06	1.03	0.992	0.969	0.916	0.888	0.850	0.762
平均值 \bar{X}_i (mg/m ³)	1.07	1.08	1.10	1.08	1.10	1.07	1.04	1.04	0.987	0.931	0.907	0.897	0.775	
标准偏差 S_i (mg/m ³)	0.071	0.071	0.073	0.071	0.061	0.074	0.089	0.103	0.057	0.052	0.045	0.049	0.035	
相对标准偏差 RSD_i	6.67	6.61	6.67	6.59	5.54	6.89	8.58	9.95	5.78	5.58	4.94	5.46	4.49	

化合物名称	氯苯	2-氯甲苯	3-氯甲苯	4-氯甲苯	1,3-二氯苯	1,4-二氯苯	1,2-二氯苯	1,3,5-三氯苯	1,2,4-三氯苯	1,2,3-三氯苯	1,2,3,5-四氯苯	1,2,4,5-四氯苯	1,2,3,4-四氯苯	
高浓度样品 (5.0mg/m ³)														
测定结果 (mg/m ³)	1	4.59	4.64	4.81	4.63	4.69	4.77	4.57	4.56	4.29	4.02	3.92	3.92	3.29
	2	4.73	4.80	4.94	4.80	4.84	4.92	4.71	4.73	4.41	4.15	4.04	4.05	3.40
	3	4.82	4.84	5.03	4.79	4.87	4.94	4.74	4.78	4.42	4.15	4.01	4.02	3.37
	4	4.65	4.67	4.79	4.71	4.71	4.80	4.62	4.67	4.36	4.10	4.02	4.01	3.39
	5	4.79	4.76	4.92	4.74	4.77	4.74	4.64	4.63	4.28	4.02	3.86	3.84	3.24
	6	4.69	4.69	4.73	4.81	4.73	4.71	4.55	4.45	4.32	4.04	3.88	3.85	3.12
平均值 \bar{X}_i (mg/m ³)	4.71	4.73	4.87	4.75	4.77	4.81	4.64	4.64	4.34	4.08	3.95	3.95	3.30	
标准偏差 S_i (mg/m ³)	0.086	0.077	0.111	0.071	0.071	0.096	0.075	0.120	0.059	0.062	0.079	0.091	0.107	
相对标准偏差 RSD_i	1.8	1.6	2.3	1.5	1.5	2.0	1.6	2.6	1.4	1.5	2.0	2.3	3.3	

附表 5.2 方法精密度测试数据 (活性炭为吸附剂时)

验证单位: 宁波市环境监测中心

化合物名称	氯苯	2-氯甲苯	3-氯甲苯	4-氯甲苯	1,3-二氯苯	1,4-二氯苯	1,2-二氯苯	1,3,5-三氯苯	1,2,4-三氯苯	1,2,3-三氯苯	1,2,3,5-四氯苯	1,2,4,5-四氯苯	1,2,3,4-四氯苯	
低浓度样品 (0.10mg/m ³)														
测定结果 (mg/m ³)	1	0.090	0.092	0.092	0.092	0.096	0.088	0.088	0.089	0.086	0.082	0.081	0.079	0.070
	2	0.088	0.090	0.089	0.093	0.092	0.089	0.087	0.089	0.086	0.082	0.080	0.081	0.070
	3	0.091	0.093	0.087	0.094	0.091	0.090	0.087	0.092	0.084	0.083	0.083	0.080	0.067
	4	0.102	0.101	0.102	0.106	0.104	0.101	0.098	0.101	0.096	0.092	0.089	0.088	0.078
	5	0.097	0.100	0.097	0.101	0.103	0.097	0.095	0.097	0.092	0.089	0.086	0.085	0.073
	6	0.099	0.100	0.099	0.103	0.102	0.099	0.096	0.099	0.094	0.091	0.089	0.089	0.077
平均值 \bar{X}_i (mg/m ³)	0.094	0.096	0.094	0.098	0.098	0.094	0.092	0.095	0.090	0.087	0.085	0.084	0.072	
标准偏差 S_i (mg/m ³)	0.0056	0.0051	0.0059	0.0056	0.0058	0.0056	0.0052	0.0051	0.0050	0.0046	0.0037	0.0042	0.0045	
相对标准偏差 RSD_i	5.9	5.3	6.2	5.7	5.9	5.9	5.6	5.4	5.5	5.3	4.3	5.0	6.2	

化合物名称	氯苯	2-氯甲苯	3-氯甲苯	4-氯甲苯	1,3-二氯苯	1,4-二氯苯	1,2-二氯苯	1,3,5-三氯苯	1,2,4-三氯苯	1,2,3-三氯苯	1,2,3,5-四氯苯	1,2,4,5-四氯苯	1,2,3,4-四氯苯	
中等浓度样品 (1.0mg/m ³)														
测定结果 (mg/m ³)	1	1.00	0.984	1.01	0.987	0.955	0.958	0.938	0.940	0.884	0.836	0.803	0.797	0.690
	2	0.991	0.974	0.991	0.980	0.945	0.952	0.932	0.935	0.881	0.831	0.800	0.796	0.684
	3	1.04	1.02	1.03	1.03	0.985	0.993	0.973	0.981	0.925	0.874	0.843	0.840	0.726
	4	1.03	1.01	1.02	1.02	0.978	0.986	0.965	0.967	0.908	0.857	0.823	0.820	0.704
	5	1.03	1.01	1.02	1.03	0.981	0.991	0.973	0.979	0.925	0.876	0.841	0.838	0.724
	6	1.02	1.01	1.02	1.02	0.973	0.988	0.966	0.978	0.917	0.872	0.850	0.836	0.723
平均值 \bar{X}_i (mg/m ³)	1.02	1.00	1.02	1.01	0.970	0.978	0.958	0.964	0.907	0.858	0.827	0.821	0.708	
标准偏差 S_i (mg/m ³)	0.018	0.018	0.015	0.021	0.016	0.018	0.018	0.021	0.020	0.020	0.021	0.020	0.019	
相对标准偏差 RSD_i	1.8	1.8	1.5	2.1	1.6	1.9	1.9	2.2	2.2	2.3	2.6	2.5	2.6	
高浓度样品 (5.0mg/m ³)														
测定结果 (mg/m ³)	1	4.71	4.60	4.98	4.40	4.20	4.09	4.15	5.04	4.00	3.93	3.10	4.34	3.40
	2	4.44	4.34	4.77	4.11	3.89	3.79	3.78	4.68	3.87	3.85	3.14	4.52	3.24
	3	4.43	4.30	4.79	4.04	3.91	3.76	3.74	4.75	3.88	4.06	3.20	4.74	3.12
	4	4.75	4.60	5.16	4.20	4.07	3.86	3.80	4.51	3.93	3.78	3.13	5.08	3.65
	5	4.73	4.62	5.16	4.26	4.05	3.86	3.83	4.64	3.89	4.01	3.13	4.47	3.58
	6	4.81	4.12	5.23	4.29	4.12	3.89	4.00	4.59	4.04	4.03	3.21	4.77	3.32
平均值 \bar{X}_i (mg/m ³)	4.64	4.43	5.02	4.22	4.04	3.88	3.88	4.70	3.93	3.94	3.15	4.65	3.38	
标准偏差 S_i (mg/m ³)	0.17	0.21	0.20	0.13	0.12	0.12	0.16	0.18	0.068	0.11	0.044	0.27	0.20	
相对标准偏差 RSD_i	3.6	4.7	4.0	3.0	3.0	3.0	4.1	3.9	1.7	2.8	1.4	5.7	6.0	

附表 5.3 方法精密度测试数据（活性炭为吸附剂时）

验证单位：绍兴市环境监测中心站

化合物名称	氯苯	2-氯甲苯	3-氯甲苯	4-氯甲苯	1,3-二氯苯	1,4-二氯苯	1,2-二氯苯	1,3,5-三氯苯	1,2,4-三氯苯	1,2,3-三氯苯	1,2,3,5-四氯苯	1,2,4,5-四氯苯	1,2,3,4-四氯苯	
低浓度样品 (0.10mg/m ³)														
测定结果 (mg/m ³)	1	0.119	0.114	0.119	0.113	0.112	0.108	0.102	0.117	0.101	0.096	0.097	0.092	0.097
	2	0.098	0.090	0.090	0.099	0.094	0.095	0.082	0.110	0.087	0.080	0.079	0.078	0.079
	3	0.110	0.101	0.106	0.104	0.104	0.105	0.092	0.114	0.097	0.090	0.087	0.087	0.087
	4	0.101	0.092	0.096	0.098	0.097	0.098	0.084	0.110	0.088	0.082	0.082	0.080	0.080
	5	0.104	0.096	0.100	0.100	0.100	0.102	0.088	0.113	0.092	0.086	0.082	0.082	0.082
	6	0.105	0.098	0.102	0.100	0.100	0.101	0.090	0.108	0.092	0.087	0.084	0.084	0.084
平均值 \bar{X}_i (mg/m ³)	0.106	0.099	0.101	0.102	0.101	0.102	0.090	0.112	0.093	0.087	0.084	0.084	0.084	
标准偏差 S_i (mg/m ³)	0.0075	0.0086	0.0069	0.0056	0.0063	0.0047	0.0071	0.0033	0.0053	0.0057	0.0066	0.0052	0.0066	
相对标准偏差 RSD_i	7.0	8.7	6.8	5.5	6.2	4.6	7.9	2.9	5.8	6.6	7.8	6.3	7.8	
中等浓度样品 (1.0mg/m ³)														
测定结果 (mg/m ³)	1	1.08	1.08	1.10	1.09	1.07	1.06	1.04	1.04	0.980	0.922	0.752	0.881	0.752
	2	1.08	1.08	1.09	1.09	1.06	1.05	1.03	1.04	0.974	0.915	0.736	0.866	0.736
	3	1.11	1.10	1.13	1.12	1.09	1.08	1.05	1.06	0.999	0.938	0.752	0.887	0.752
	4	1.08	1.07	1.09	1.08	1.06	1.05	1.03	1.04	0.977	0.922	0.742	0.873	0.742
	5	1.06	1.06	1.08	1.07	1.05	1.04	1.02	1.02	0.964	0.909	0.732	0.862	0.732
	6	1.10	1.09	1.10	1.10	1.08	1.07	1.04	1.06	0.998	0.940	0.756	0.891	0.756
平均值 \bar{X}_i (mg/m ³)	1.08	1.08	1.10	1.09	1.07	1.06	1.03	1.04	0.982	0.924	0.745	0.877	0.745	
标准偏差 S_i (mg/m ³)	0.018	0.016	0.016	0.016	0.015	0.015	0.013	0.016	0.014	0.012	0.010	0.012	0.010	
相对标准偏差 RSD_i	1.6	1.4	1.5	1.5	1.4	1.4	1.3	1.5	1.4	1.3	1.3	1.3	1.3	

化合物名称	氯苯	2-氯甲苯	3-氯甲苯	4-氯甲苯	1,3-二氯苯	1,4-二氯苯	1,2-二氯苯	1,3,5-三氯苯	1,2,4-三氯苯	1,2,3-三氯苯	1,2,3,5-四氯苯	1,2,4,5-四氯苯	1,2,3,4-四氯苯	
高浓度样品 (5.0mg/m ³)														
测定结果 (mg/m ³)	1	4.94	4.92	5.00	4.96	4.88	4.80	4.53	4.57	4.29	4.02	3.15	3.80	3.15
	2	4.77	4.74	4.84	4.81	4.72	4.66	4.78	4.80	4.52	4.22	3.31	4.00	3.31
	3	4.84	4.80	4.89	4.87	4.76	4.70	4.62	4.66	4.38	4.10	3.22	3.88	3.22
	4	4.70	4.66	4.77	4.71	4.63	4.58	4.39	4.42	4.13	3.87	3.03	3.62	3.03
	5	4.68	4.61	4.71	4.66	4.57	4.52	4.50	4.53	4.24	3.96	3.10	3.71	3.10
	6	4.79	4.72	4.82	4.78	4.69	4.62	4.83	4.79	4.52	4.21	3.30	3.94	3.30
平均值 \bar{X}_i (mg/m ³)	4.79	4.74	4.84	4.80	4.71	4.65	4.61	4.63	4.34	4.06	3.19	3.83	3.19	
标准偏差 S_i (mg/m ³)	0.095	0.11	0.10	0.11	0.11	0.10	0.17	0.15	0.16	0.14	0.11	0.14	0.11	
相对标准偏差 RSD_i	2.0	2.3	2.1	2.3	2.3	2.1	3.7	3.2	3.6	3.4	3.5	3.7	3.5	

附表 5.4 方法精密度测试数据 (活性炭为吸附剂时)

验证单位: 湖州市环境保护监测中心站

化合物名称	氯苯	2-氯甲苯	3-氯甲苯	4-氯甲苯	1,3-二氯苯	1,4-二氯苯	1,2-二氯苯	1,3,5-三氯苯	1,2,4-三氯苯	1,2,3-三氯苯	1,2,3,5-四氯苯	1,2,4,5-四氯苯	1,2,3,4-四氯苯	
低浓度样品 (0.10mg/m ³)														
测定结果 (mg/m ³)	1	0.114	0.113	0.115	0.110	0.105	0.105	0.105	0.102	0.100	0.091	0.090	0.089	0.076
	2	0.098	0.098	0.097	0.095	0.090	0.091	0.091	0.087	0.086	0.080	0.079	0.077	0.067
	3	0.107	0.107	0.107	0.105	0.098	0.099	0.100	0.093	0.093	0.086	0.082	0.079	0.068
	4	0.101	0.100	0.100	0.099	0.092	0.094	0.094	0.088	0.087	0.081	0.077	0.075	0.066
	5	0.110	0.110	0.109	0.108	0.101	0.103	0.102	0.098	0.096	0.090	0.087	0.085	0.072
	6	0.105	0.105	0.105	0.102	0.098	0.097	0.098	0.093	0.092	0.086	0.083	0.080	0.070
平均值 \bar{X}_i (mg/m ³)	0.106	0.106	0.106	0.103	0.097	0.098	0.098	0.094	0.092	0.086	0.083	0.081	0.070	
标准偏差 S_i (mg/m ³)	0.0058	0.0058	0.0064	0.0056	0.0056	0.0053	0.0052	0.0058	0.0053	0.0045	0.0049	0.0052	0.0037	
相对标准偏差 RSD_i	5.5	5.5	6.0	5.4	5.8	5.4	5.3	6.2	5.8	5.2	5.9	6.4	5.3	

化合物名称	氯苯	2-氯甲苯	3-氯甲苯	4-氯甲苯	1,3-二氯苯	1,4-二氯苯	1,2-二氯苯	1,3,5-三氯苯	1,2,4-三氯苯	1,2,3-三氯苯	1,2,3,5-四氯苯	1,2,4,5-四氯苯	1,2,3,4-四氯苯	
中等浓度样品 (1.0mg/m ³)														
测定结果 (mg/m ³)	1	1.04	1.04	1.05	1.05	1.02	1.01	0.990	0.989	0.934	0.878	0.840	0.835	0.717
	2	1.06	1.06	1.08	1.06	1.04	1.03	1.01	1.01	0.953	0.896	0.857	0.852	0.729
	3	1.04	1.04	1.04	1.06	1.03	1.02	1.00	1.00	0.949	0.895	0.857	0.853	0.730
	4	1.08	1.08	1.09	1.10	1.07	1.06	1.04	1.05	0.988	0.929	0.900	0.895	0.767
	5	1.08	1.07	1.08	1.09	1.06	1.04	1.02	1.02	0.969	0.912	0.874	0.870	0.743
	6	1.07	1.07	1.09	1.08	1.06	1.04	1.02	1.02	0.964	0.909	0.865	0.861	0.739
平均值 \bar{X}_i (mg/m ³)	1.06	1.06	1.07	1.07	1.05	1.03	1.02	1.02	1.02	0.960	0.903	0.866	0.861	0.738
标准偏差 S_i (mg/m ³)	0.018	0.019	0.020	0.019	0.019	0.018	0.019	0.020	0.019	0.019	0.017	0.020	0.020	0.017
相对标准偏差 RSD_i	1.7	1.8	1.9	1.8	1.8	1.7	1.9	2.0	2.0	2.0	1.9	2.3	2.3	2.3
高浓度样品 (5.0mg/m ³)														
测定结果 (mg/m ³)	1	4.84	4.82	4.91	4.88	4.77	4.71	4.62	4.63	4.36	4.08	3.90	3.89	3.251
	2	4.90	4.86	4.92	4.94	4.80	4.73	4.64	4.63	4.34	4.06	3.86	3.84	3.233
	3	4.98	4.92	5.04	4.94	4.85	4.79	4.70	4.66	4.38	4.10	3.88	3.87	3.23
	4	4.92	4.90	5.01	4.93	4.84	4.78	4.69	4.66	4.38	4.10	3.89	3.88	3.23
	5	4.88	4.84	4.93	4.88	4.78	4.71	4.62	4.62	4.35	4.06	3.88	3.86	3.25
	6	4.96	4.91	4.97	4.98	4.84	4.78	4.69	4.69	4.40	4.12	3.92	3.90	3.28
平均值 \bar{X}_i (mg/m ³)	4.91	4.88	4.96	4.93	4.81	4.75	4.66	4.65	4.37	4.09	3.89	3.88	3.25	
标准偏差 S_i (mg/m ³)	0.052	0.041	0.051	0.039	0.035	0.036	0.036	0.027	0.023	0.023	0.023	0.021	0.022	0.021
相对标准偏差 RSD_i	1.1	0.84	1.0	0.79	0.73	0.76	0.77	0.58	0.53	0.56	0.54	0.57	0.65	

附表 5.5 方法精密度测试数据（活性炭为吸附剂时）

验证单位：嘉兴市环境保护监测站

化合物名称		氯苯	2-氯甲苯	3-氯甲苯	4-氯甲苯	1,3-二氯苯	1,4-二氯苯	1,2-二氯苯	1,3,5-三氯苯	1,2,4-三氯苯	1,2,3-三氯苯	1,2,3,5-四氯苯	1,2,4,5-四氯苯	1,2,3,4-四氯苯
低浓度样品 (0.10mg/m ³)														
测定结果 (mg/m ³)	1	0.111	0.111	0.109	0.109	0.107	0.107	0.103	0.110	0.100	0.096	0.092	0.085	0.078
	2	0.113	0.113	0.110	0.112	0.109	0.110	0.106	0.113	0.102	0.099	0.094	0.092	0.081
	3	0.122	0.122	0.119	0.122	0.118	0.117	0.115	0.120	0.109	0.103	0.096	0.092	0.079
	4	0.112	0.111	0.108	0.110	0.107	0.107	0.104	0.111	0.100	0.095	0.091	0.098	0.077
	5	0.115	0.115	0.111	0.116	0.111	0.115	0.107	0.115	0.104	0.101	0.096	0.091	0.082
	6	0.113	0.111	0.108	0.111	0.107	0.107	0.103	0.111	0.100	0.095	0.091	0.091	0.077
平均值 \bar{X}_i (mg/m ³)		0.114	0.114	0.111	0.113	0.110	0.111	0.106	0.113	0.103	0.098	0.093	0.092	0.079
标准偏差 S_i (mg/m ³)		0.0040	0.0043	0.0042	0.0049	0.0043	0.0045	0.0045	0.0037	0.0036	0.0034	0.0023	0.0041	0.0021
相对标准偏差 RSD_i		3.5	3.8	3.8	4.3	3.9	4.0	4.3	3.3	3.5	3.4	2.5	4.5	2.7
中等浓度样品 (1.0mg/m ³)														
测定结果 (mg/m ³)	1	1.08	1.07	1.11	1.06	1.06	1.08	1.03	1.04	0.976	0.921	0.894	0.884	0.766
	2	1.09	1.08	1.10	1.08	1.07	1.09	1.03	1.04	0.981	0.925	0.898	0.889	0.768
	3	1.08	1.08	1.09	1.09	1.06	1.08	1.03	1.04	0.975	0.919	0.889	0.883	0.759
	4	1.10	1.10	1.13	1.09	1.09	1.11	1.05	1.06	1.00	0.944	0.915	0.908	0.782
	5	1.10	1.10	1.11	1.11	1.08	1.11	1.05	1.06	0.994	0.937	0.907	0.900	0.775
	6	1.11	1.10	1.13	1.11	1.09	1.12	1.06	1.07	1.01	0.949	0.918	0.911	0.783
平均值 \bar{X}_i (mg/m ³)		1.10	1.09	1.11	1.09	1.08	1.10	1.04	1.05	0.989	0.933	0.904	0.896	0.772
标准偏差 S_i (mg/m ³)		0.012	0.013	0.015	0.020	0.013	0.018	0.013	0.014	0.013	0.013	0.012	0.012	0.009
相对标准偏差 RSD_i		1.1	1.2	1.3	1.8	1.2	1.6	1.3	1.4	1.3	1.4	1.3	1.4	1.2

化合物名称	氯苯	2-氯甲苯	3-氯甲苯	4-氯甲苯	1,3-二氯苯	1,4-二氯苯	1,2-二氯苯	1,3,5-三氯苯	1,2,4-三氯苯	1,2,3-三氯苯	1,2,3,5-四氯苯	1,2,4,5-四氯苯	1,2,3,4-四氯苯	
高浓度样品 (5.0mg/m ³)														
测定结果 (mg/m ³)	1	5.00	4.97	5.06	5.03	4.92	5.22	4.75	4.79	4.50	4.22	4.06	4.04	3.40
	2	5.08	5.01	5.04	5.15	4.96	5.28	4.79	4.84	4.55	4.26	4.10	4.08	3.42
	3	5.04	5.01	5.13	5.04	4.96	5.28	4.79	4.83	4.53	4.25	4.08	4.08	3.41
	4	5.04	5.02	4.99	5.22	4.97	5.29	4.81	4.85	4.55	4.27	4.11	4.12	3.42
	5	5.04	5.02	5.18	5.00	4.97	5.30	4.84	4.86	4.56	4.27	4.11	4.10	3.44
	6	5.00	4.98	5.04	5.08	4.93	5.24	4.77	4.82	4.53	4.24	4.10	4.08	3.42
平均值 \bar{X}_i (mg/m ³)	5.03	5.00	5.07	5.09	4.95	5.27	4.79	4.83	4.54	4.25	4.09	4.08	3.42	
标准偏差 S_i (mg/m ³)	0.032	0.023	0.072	0.084	0.021	0.028	0.030	0.023	0.022	0.021	0.021	0.028	0.012	
相对标准偏差 RSD_i	0.64	0.46	1.4	1.7	0.42	0.53	0.63	0.48	0.48	0.49	0.51	0.69	0.35	

附表 5.6 方法精密度测试数据 (活性炭为吸附剂时)

验证单位: 杭州市萧山区环境监测站

化合物名称	氯苯	2-氯甲苯	3-氯甲苯	4-氯甲苯	1,3-二氯苯	1,4-二氯苯	1,2-二氯苯	1,3,5-三氯苯	1,2,4-三氯苯	1,2,3-三氯苯	1,2,3,5-四氯苯	1,2,4,5-四氯苯	1,2,3,4-四氯苯	
低浓度样品 (0.10mg/m ³)														
测定结果 (mg/m ³)	1	0.095	0.097	0.096	0.097	0.094	0.094	0.092	0.091	0.088	0.080	0.079	0.078	0.066
	2	0.100	0.101	0.102	0.101	0.098	0.099	0.096	0.095	0.091	0.085	0.082	0.082	0.070
	3	0.102	0.102	0.102	0.104	0.100	0.100	0.097	0.097	0.092	0.086	0.084	0.083	0.070
	4	0.101	0.102	0.102	0.102	0.098	0.099	0.096	0.095	0.093	0.086	0.084	0.082	0.069
	5	0.101	0.102	0.102	0.101	0.099	0.099	0.096	0.096	0.094	0.086	0.083	0.084	0.082
	6	0.100	0.101	0.101	0.100	0.098	0.098	0.096	0.095	0.091	0.085	0.083	0.082	0.070
平均值 \bar{X}_i (mg/m ³)	0.100	0.101	0.101	0.101	0.098	0.098	0.095	0.095	0.092	0.085	0.083	0.082	0.069	
标准偏差 S_i (mg/m ³)	0.0025	0.0020	0.0023	0.0021	0.0020	0.0021	0.0019	0.0021	0.0019	0.0022	0.0017	0.0018	0.0020	
相对标准偏差 RSD_i	2.5	2.0	2.3	2.1	2.1	2.1	2.0	2.3	2.0	2.6	2.0	2.3	2.9	

化合物名称	氯苯	2-氯甲苯	3-氯甲苯	4-氯甲苯	1,3-二氯苯	1,4-二氯苯	1,2-二氯苯	1,3,5-三氯苯	1,2,4-三氯苯	1,2,3-三氯苯	1,2,3,5-四氯苯	1,2,4,5-四氯苯	1,2,3,4-四氯苯	
中等浓度样品 (1.0mg/m ³)														
测定结果 (mg/m ³)	1	1.11	1.11	1.13	1.12	1.09	1.08	1.06	1.06	1.00	0.940	0.898	0.893	0.763
	2	1.09	1.08	1.10	1.09	1.07	1.06	1.04	1.04	0.979	0.919	0.874	0.869	0.742
	3	1.11	1.11	1.12	1.12	1.10	1.08	1.06	1.06	1.00	0.942	0.896	0.892	0.762
	4	1.05	1.08	1.09	1.09	1.07	1.06	1.04	1.04	0.982	0.924	0.876	0.872	0.744
	5	1.09	1.08	1.10	1.10	1.07	1.06	1.04	1.04	0.982	0.926	0.887	0.884	0.756
	6	1.08	1.07	1.09	1.08	1.06	1.05	1.03	1.04	0.984	0.927	0.888	0.884	0.760
平均值 \bar{X}_i (mg/m ³)	1.09	1.09	1.10	1.10	1.08	1.07	1.04	1.05	0.988	0.930	0.887	0.882	0.755	
标准偏差 S_i (mg/m ³)	0.024	0.015	0.016	0.016	0.014	0.015	0.013	0.013	0.010	0.009	0.010	0.010	0.009	
相对标准偏差 RSD_i	2.2	1.4	1.5	1.4	1.3	1.4	1.2	1.2	1.0	1.0	1.1	1.1	1.2	
高浓度样品 (5.0mg/m ³)														
测定结果 (mg/m ³)	1	4.94	4.90	4.96	4.99	4.85	4.80	4.68	4.69	4.40	4.11	3.88	3.88	3.21
	2	5.01	4.97	5.06	5.04	4.92	4.87	4.76	4.77	4.47	4.18	3.96	3.96	3.30
	3	4.97	4.94	5.03	5.00	4.89	4.85	4.73	4.74	4.44	4.16	3.92	3.92	3.26
	4	4.98	4.94	5.01	5.02	4.90	4.85	4.73	4.73	4.44	4.15	3.91	3.91	3.25
	5	4.98	4.95	5.04	5.02	4.91	4.86	4.74	4.75	4.45	4.16	3.93	3.92	3.28
	6	4.95	4.90	4.97	4.98	4.85	4.79	4.68	4.67	4.36	4.08	3.81	3.80	3.19
平均值 \bar{X}_i (mg/m ³)	4.97	4.93	5.01	5.01	4.89	4.84	4.72	4.72	4.43	4.14	3.90	3.90	3.25	
标准偏差 S_i (mg/m ³)	0.024	0.030	0.040	0.023	0.031	0.032	0.031	0.037	0.040	0.038	0.052	0.056	0.043	
相对标准偏差 RSD_i	0.48	0.61	0.80	0.46	0.63	0.66	0.66	0.78	0.90	0.92	1.3	1.4	1.3	

附表 5.7 方法精密度测试数据 (GDX-103 为吸附剂时)

验证单位: 杭州市环境监测中心站

化合物名称		氯苯	2-氯甲苯	3-氯甲苯	4-氯甲苯	1,3-二氯苯	1,4-二氯苯	1,2-二氯苯	1,3,5-三氯苯	1,2,4-三氯苯	1,2,3-三氯苯	1,2,3,5-四氯苯	1,2,4,5-四氯苯	1,2,3,4-四氯苯
低浓度样品 (0.10mg/m ³)														
测定结果 (mg/m ³)	1	0.108	0.111	0.111	0.109	0.088	0.108	0.104	0.104	0.092	0.100	0.119	0.108	0.120
	2	0.107	0.113	0.113	0.113	0.090	0.109	0.104	0.101	0.090	0.095	0.119	0.102	0.122
	3	0.102	0.110	0.113	0.113	0.091	0.110	0.105	0.099	0.090	0.094	0.115	0.105	0.114
	4	0.106	0.110	0.110	0.109	0.091	0.106	0.100	0.101	0.099	0.098	0.110	0.098	0.120
	5	0.104	0.108	0.110	0.107	0.090	0.103	0.099	0.101	0.094	0.096	0.107	0.100	0.109
	6	0.098	0.105	0.107	0.105	0.090	0.104	0.099	0.100	0.098	0.093	0.101	0.095	0.106
平均值 \bar{X}_i (mg/m ³)		0.104	0.110	0.110	0.109	0.090	0.107	0.102	0.101	0.094	0.096	0.112	0.101	0.115
标准偏差 S_i (mg/m ³)		0.0036	0.0025	0.0023	0.0031	0.0010	0.0027	0.0028	0.0019	0.0040	0.0024	0.0072	0.0047	0.0067
相对标准偏差 RSD_i		3.4	2.3	2.1	2.8	1.1	2.5	2.7	1.9	4.3	2.5	6.4	4.6	5.8
中等浓度样品 (0.5mg/m ³)														
测定结果 (mg/m ³)	1	0.508	0.507	0.514	0.512	0.449	0.468	0.479	0.441	0.438	0.469	0.430	0.493	0.482
	2	0.499	0.505	0.517	0.516	0.454	0.471	0.473	0.431	0.445	0.473	0.449	0.495	0.476
	3	0.506	0.517	0.533	0.530	0.468	0.485	0.494	0.445	0.457	0.478	0.451	0.492	0.501
	4	0.511	0.517	0.530	0.530	0.471	0.483	0.491	0.448	0.453	0.473	0.453	0.510	0.497
	5	0.508	0.507	0.520	0.517	0.456	0.466	0.473	0.424	0.436	0.463	0.446	0.469	0.499
	6	0.518	0.515	0.530	0.528	0.463	0.474	0.483	0.439	0.455	0.472	0.434	0.499	0.486
平均值 \bar{X}_i (mg/m ³)		0.508	0.511	0.524	0.522	0.460	0.475	0.482	0.438	0.447	0.471	0.444	0.493	0.490
标准偏差 S_i (mg/m ³)		0.0063	0.0055	0.0081	0.0081	0.0087	0.0079	0.0089	0.0091	0.0091	0.0051	0.0097	0.0137	0.0101
相对标准偏差 RSD_i		1.2	1.1	1.5	1.6	1.9	1.7	1.8	2.1	2.0	1.1	2.2	2.8	2.1

化合物名称	氯苯	2-氯甲苯	3-氯甲苯	4-氯甲苯	1,3-二氯苯	1,4-二氯苯	1,2-二氯苯	1,3,5-三氯苯	1,2,4-三氯苯	1,2,3-三氯苯	1,2,3,5-四氯苯	1,2,4,5-四氯苯	1,2,3,4-四氯苯	
高浓度样品 (2.5mg/m ³)														
测定结果 (mg/m ³)	1	2.54	2.63	2.66	2.67	2.42	2.48	2.48	2.38	2.46	2.49	2.56	2.64	2.60
	2	2.24	2.45	2.50	2.48	2.19	2.25	2.30	2.17	2.24	2.28	2.28	2.39	2.43
	3	2.34	2.48	2.55	2.53	2.22	2.28	2.33	2.21	2.28	2.30	2.28	2.43	2.43
	4	2.49	2.62	2.67	2.65	2.40	2.48	2.47	2.35	2.45	2.45	2.42	2.65	2.54
	5	2.23	2.46	2.52	2.51	2.21	2.27	2.32	2.17	2.22	2.26	2.23	2.43	2.36
	6	2.32	2.45	2.51	2.49	2.19	2.28	2.33	2.17	2.24	2.30	2.24	2.55	2.40
平均值 \bar{X}_i (mg/m ³)	2.36	2.52	2.57	2.55	2.27	2.34	2.37	2.24	2.31	2.34	2.34	2.52	2.46	
标准偏差 S_i (mg/m ³)	0.130	0.086	0.078	0.084	0.108	0.109	0.082	0.100	0.112	0.100	0.132	0.114	0.092	
相对标准偏差 RSD_i	5.5	3.4	3.0	3.3	4.8	4.7	3.4	4.5	4.8	4.2	5.7	4.5	3.7	

附表 5.8 方法精密度测试数据 (GDX-103 为吸附剂时)

验证单位: 宁波市环境监测中心

化合物名称	氯苯	2-氯甲苯	3-氯甲苯	4-氯甲苯	1,3-二氯苯	1,4-二氯苯	1,2-二氯苯	1,3,5-三氯苯	1,2,4-三氯苯	1,2,3-三氯苯	1,2,3,5-四氯苯	1,2,4,5-四氯苯	1,2,3,4-四氯苯	
低浓度样品 (0.10mg/m ³)														
测定结果 (mg/m ³)	1	0.094	0.092	0.102	0.104	0.099	0.103	0.106	0.096	0.097	0.102	0.097	0.098	0.104
	2	0.096	0.096	0.104	0.104	0.099	0.104	0.099	0.092	0.097	0.101	0.094	0.095	0.100
	3	0.095	0.095	0.107	0.106	0.101	0.106	0.101	0.092	0.097	0.099	0.092	0.093	0.095
	4	0.096	0.095	0.104	0.103	0.098	0.100	0.098	0.092	0.095	0.099	0.092	0.091	0.096
	5	0.096	0.101	0.107	0.108	0.105	0.110	0.103	0.098	0.102	0.106	0.102	0.101	0.106
	6	0.095	0.097	0.104	0.105	0.101	0.104	0.114	0.098	0.099	0.104	0.098	0.100	0.103
平均值 \bar{X}_i (mg/m ³)	0.095	0.097	0.105	0.105	0.100	0.104	0.105	0.095	0.099	0.102	0.096	0.096	0.101	
标准偏差 S_i (mg/m ³)	0.0007	0.0021	0.0015	0.0019	0.0023	0.0036	0.0068	0.0033	0.0027	0.0034	0.0038	0.0040	0.0043	
相对标准偏差 RSD_i	0.8	2.1	1.4	1.8	2.3	3.4	6.5	3.5	2.8	3.3	4.0	4.2	4.2	

化合物名称	氯苯	2-氯甲苯	3-氯甲苯	4-氯甲苯	1,3-二氯苯	1,4-二氯苯	1,2-二氯苯	1,3,5-三氯苯	1,2,4-三氯苯	1,2,3-三氯苯	1,2,3,5-四氯苯	1,2,4,5-四氯苯	1,2,3,4-四氯苯	
中等浓度样品 (0.5mg/m ³)														
测定结果 (mg/m ³)	1	0.473	0.492	0.495	0.522	0.506	0.511	0.506	0.513	0.506	0.515	0.533	0.518	0.535
	2	0.479	0.495	0.495	0.519	0.510	0.514	0.515	0.529	0.517	0.522	0.536	0.526	0.544
	3	0.475	0.498	0.496	0.522	0.519	0.524	0.521	0.535	0.523	0.530	0.545	0.531	0.550
	4	0.487	0.507	0.496	0.530	0.522	0.526	0.520	0.539	0.524	0.530	0.544	0.535	0.551
	5	0.494	0.488	0.505	0.509	0.507	0.522	0.498	0.518	0.509	0.513	0.522	0.507	0.525
	6	0.514	0.509	0.508	0.523	0.522	0.527	0.511	0.524	0.514	0.525	0.528	0.512	0.530
平均值 \bar{X}_i (mg/m ³)	0.484	0.497	0.499	0.521	0.514	0.520	0.512	0.527	0.517	0.523	0.537	0.525	0.543	
标准偏差 S_i (mg/m ³)	0.0090	0.0105	0.0046	0.0080	0.0090	0.0068	0.0086	0.0097	0.0085	0.0084	0.0096	0.0118	0.0120	
相对标准偏差 RSD_i	1.9	2.1	0.9	1.5	1.8	1.3	1.7	1.8	1.6	1.6	1.8	2.2	2.2	
高浓度样品 (2.5mg/m ³)														
测定结果 (mg/m ³)	1	2.35	2.36	2.36	2.40	2.35	2.36	2.39	2.40	2.40	2.40	2.42	2.36	2.44
	2	2.21	2.36	2.27	2.40	2.37	2.36	2.42	2.42	2.42	2.39	2.48	2.42	2.48
	3	2.51	2.50	2.43	2.52	2.47	2.47	2.52	2.43	2.46	2.47	2.48	2.41	2.48
	4	2.21	2.33	2.26	2.37	2.34	2.34	2.38	2.34	2.38	2.37	2.45	2.37	2.46
	5	2.23	2.33	2.29	2.32	2.33	2.33	2.39	2.35	2.39	2.37	2.44	2.34	3.46
	6	2.26	2.35	2.34	2.39	2.39	2.39	2.42	2.42	2.44	2.43	2.50	2.44	2.52
平均值 \bar{X}_i (mg/m ³)	2.30	2.38	2.33	2.42	2.38	2.38	2.42	2.40	2.42	2.42	2.47	2.40	2.49	
标准偏差 S_i (mg/m ³)	0.114	0.062	0.062	0.051	0.044	0.046	0.052	0.034	0.031	0.035	0.029	0.031	0.032	
相对标准偏差 RSD_i	4.9	2.6	2.6	2.1	1.9	1.9	2.2	1.4	1.3	1.5	1.2	1.3	1.3	

附表 5.9 方法精密度测试数据 (GDX-103 为吸附剂时)

验证单位: 绍兴市环境监测中心站

化合物名称		氯苯	2-氯甲苯	3-氯甲苯	4-氯甲苯	1,3-二氯苯	1,4-二氯苯	1,2-二氯苯	1,3,5-三氯苯	1,2,4-三氯苯	1,2,3-三氯苯	1,2,3,5-四氯苯	1,2,4,5-四氯苯	1,2,3,4-四氯苯	
低浓度样品 (0.10mg/m ³)															
测定结果 (mg/m ³)	1	0.099	0.107	0.113	0.107	0.116	0.121	0.106	0.110	0.120	0.121	0.117	0.110	0.117	
	2	0.100	0.101	0.105	0.099	0.112	0.115	0.100	0.105	0.113	0.113	0.111	0.105	0.113	
	3	0.101	0.099	0.107	0.103	0.109	0.115	0.099	0.101	0.110	0.110	0.106	0.102	0.108	
	4	0.101	0.103	0.109	0.105	0.111	0.117	0.100	0.107	0.114	0.116	0.113	0.108	0.115	
	5	0.103	0.107	0.112	0.104	0.113	0.120	0.105	0.111	0.119	0.119	0.119	0.118	0.111	0.119
	6	0.096	0.094	0.099	0.093	0.103	0.107	0.092	0.098	0.108	0.108	0.105	0.106	0.098	0.108
平均值 \bar{X}_i (mg/m ³)		0.100	0.102	0.108	0.102	0.111	0.116	0.100	0.105	0.114	0.114	0.112	0.105	0.114	
标准偏差 S_i (mg/m ³)		0.0029	0.0048	0.0057	0.0052	0.0048	0.0052	0.0052	0.0049	0.0043	0.0058	0.0054	0.0055	0.0047	
相对标准偏差 RSD_i		2.9	4.7	5.3	5.1	4.4	4.5	5.2	4.6	3.7	5.1	4.8	5.2	4.1	
中等浓度样品 (0.5mg/m ³)															
测定结果 (mg/m ³)	1	0.507	0.514	0.515	0.529	0.531	0.537	0.517	0.503	0.533	0.533	0.541	0.523	0.541	
	2	0.506	0.499	0.506	0.508	0.517	0.522	0.501	0.483	0.523	0.516	0.533	0.515	0.527	
	3	0.477	0.477	0.480	0.492	0.493	0.499	0.478	0.460	0.497	0.492	0.503	0.484	0.498	
	4	0.494	0.489	0.501	0.499	0.507	0.512	0.492	0.479	0.509	0.509	0.505	0.514	0.495	0.514
	5	0.493	0.486	0.487	0.497	0.503	0.509	0.492	0.474	0.506	0.506	0.505	0.510	0.492	0.514
	6	0.495	0.487	0.488	0.494	0.506	0.511	0.489	0.474	0.504	0.504	0.504	0.511	0.495	0.514
平均值 \bar{X}_i (mg/m ³)		0.499	0.491	0.501	0.502	0.510	0.516	0.495	0.479	0.512	0.509	0.519	0.502	0.519	
标准偏差 S_i (mg/m ³)		0.0062	0.0055	0.0117	0.0060	0.0063	0.0061	0.0054	0.0046	0.0090	0.0060	0.0112	0.0111	0.0066	
相对标准偏差 RSD_i		1.2	1.1	2.3	1.2	1.2	1.2	1.1	1.0	1.8	1.2	2.1	2.2	1.3	

化合物名称	氯苯	2-氯甲苯	3-氯甲苯	4-氯甲苯	1,3-二氯苯	1,4-二氯苯	1,2-二氯苯	1,3,5-三氯苯	1,2,4-三氯苯	1,2,3-三氯苯	1,2,3,5-四氯苯	1,2,4,5-四氯苯	1,2,3,4-四氯苯	
高浓度样品 (2.5mg/m ³)														
测定结果 (mg/m ³)	1	2.38	2.42	2.42	2.49	2.40	2.42	2.41	2.43	2.42	2.45	2.49	2.41	2.51
	2	2.31	2.42	2.43	2.43	2.41	2.43	2.40	2.43	2.41	2.42	2.46	2.38	2.47
	3	2.40	2.44	2.47	2.42	2.41	2.42	2.41	2.43	2.41	2.42	2.46	2.38	2.46
	4	2.18	2.23	2.24	2.24	2.20	2.22	2.23	2.23	2.22	2.22	2.25	2.18	2.29
	5	2.38	2.44	2.51	2.50	2.51	2.52	2.54	2.55	2.51	2.54	2.64	2.55	2.65
	6	2.23	2.27	2.34	2.23	2.24	2.26	2.26	2.31	2.25	2.25	2.29	2.22	2.30
平均值 \bar{X}_i (mg/m ³)	2.31	2.37	2.40	2.38	2.36	2.38	2.38	2.40	2.37	2.38	2.43	2.35	2.45	
标准偏差 S_i (mg/m ³)	0.091	0.095	0.098	0.118	0.115	0.114	0.115	0.111	0.112	0.124	0.142	0.134	0.133	
相对标准偏差 RSD_i	3.9	4.0	4.1	5.0	4.9	4.8	4.8	4.6	4.7	5.2	5.8	5.7	5.4	

附表 5.10 方法精密度测试数据 (GDX-103 为吸附剂时)

验证单位: 湖州市环境保护监测中心站

化合物名称	氯苯	2-氯甲苯	3-氯甲苯	4-氯甲苯	1,3-二氯苯	1,4-二氯苯	1,2-二氯苯	1,3,5-三氯苯	1,2,4-三氯苯	1,2,3-三氯苯	1,2,3,5-四氯苯	1,2,4,5-四氯苯	1,2,3,4-四氯苯	
低浓度样品 (0.10mg/m ³)														
测定结果 (mg/m ³)	1	0.093	0.097	0.104	0.093	0.100	0.103	0.095	0.091	0.109	0.098	0.099	0.099	0.098
	2	0.095	0.107	0.116	0.106	0.110	0.117	0.108	0.107	0.105	0.117	0.117	0.111	0.113
	3	0.096	0.099	0.107	0.099	0.105	0.108	0.101	0.097	0.105	0.101	0.101	0.097	0.098
	4	0.099	0.097	0.104	0.101	0.100	0.105	0.097	0.094	0.108	0.098	0.099	0.094	0.093
	5	0.098	0.097	0.108	0.097	0.100	0.104	0.096	0.092	0.101	0.097	0.097	0.094	0.094
	6	0.095	0.097	0.104	0.097	0.100	0.106	0.098	0.096	0.098	0.098	0.099	0.092	0.094
平均值 \bar{X}_i (mg/m ³)	0.096	0.099	0.107	0.099	0.102	0.107	0.099	0.096	0.104	0.102	0.102	0.098	0.098	
标准偏差 S_i (mg/m ³)	0.0021	0.0041	0.0046	0.0042	0.0042	0.0051	0.0048	0.0057	0.0041	0.0076	0.0074	0.0068	0.0076	
相对标准偏差 RSD_i	2.1	4.2	4.3	4.2	4.1	4.8	4.9	5.9	3.9	7.4	7.3	6.9	7.7	

化合物名称	氯苯	2-氯甲苯	3-氯甲苯	4-氯甲苯	1,3-二氯苯	1,4-二氯苯	1,2-二氯苯	1,3,5-三氯苯	1,2,4-三氯苯	1,2,3-三氯苯	1,2,3,5-四氯苯	1,2,4,5-四氯苯	1,2,3,4-四氯苯	
中等浓度样品 (0.5mg/m ³)														
测定结果 (mg/m ³)	1	0.504	0.501	0.505	0.501	0.508	0.512	0.506	0.485	0.520	0.510	0.521	0.509	0.520
	2	0.505	0.517	0.515	0.514	0.516	0.533	0.510	0.489	0.529	0.516	0.529	0.516	0.529
	3	0.493	0.495	0.504	0.490	0.503	0.507	0.498	0.482	0.511	0.502	0.514	0.500	0.513
	4	0.511	0.514	0.528	0.516	0.530	0.534	0.522	0.506	0.539	0.529	0.545	0.532	0.543
	5	0.489	0.480	0.482	0.483	0.487	0.488	0.478	0.468	0.484	0.482	0.489	0.473	0.494
	6	0.498	0.489	0.498	0.488	0.495	0.499	0.491	0.478	0.500	0.4492	0.500	0.484	0.502
平均值 \bar{X}_i (mg/m ³)	0.500	0.499	0.505	0.499	0.507	0.512	0.501	0.485	0.514	0.505	0.516	0.502	0.517	
标准偏差 S_i (mg/m ³)	0.0082	0.0145	0.0153	0.0140	0.0153	0.0183	0.0152	0.0129	0.0200	0.0169	0.0202	0.0215	0.0180	
相对标准偏差 RSD_i	1.6	2.9	3.0	2.8	3.0	3.6	3.0	2.7	3.9	3.3	3.9	4.3	3.5	
高浓度样品 (2.5mg/m ³)														
测定结果 (mg/m ³)	1	2.44	2.45	2.44	2.48	2.45	2.45	2.45	2.46	2.45	2.46	2.49	2.43	2.52
	2	2.39	2.50	2.52	2.50	2.50	2.50	2.50	2.50	2.50	2.50	2.53	2.46	2.58
	3	2.25	2.27	2.30	2.26	2.27	2.27	2.27	2.27	2.26	2.26	2.28	2.23	2.34
	4	2.53	2.56	2.57	2.52	2.56	2.56	2.56	2.58	2.56	2.57	2.61	2.56	2.67
	5	2.42	2.44	2.44	2.44	2.44	2.44	2.45	2.46	2.43	2.44	2.46	2.41	2.52
	6	2.38	2.49	2.48	2.46	2.48	2.48	2.48	2.48	2.49	2.45	2.48	2.51	2.48
平均值 \bar{X}_i (mg/m ³)	2.40	2.45	2.46	2.44	2.45	2.45	2.45	2.46	2.44	2.45	2.48	2.42	2.53	
标准偏差 S_i (mg/m ³)	0.092	0.098	0.092	0.095	0.098	0.097	0.099	0.103	0.101	0.105	0.109	0.107	0.111	
相对标准偏差 RSD_i	3.8	4.0	3.7	3.9	4.0	4.0	4.0	4.2	4.1	4.3	4.4	4.4	4.4	

附表 5.11 方法精密度测试数据 (GDX-103 为吸附剂时)

验证单位: 嘉兴市环境保护监测站

化合物名称		氯苯	2-氯甲苯	3-氯甲苯	4-氯甲苯	1,3-二氯苯	1,4-二氯苯	1,2-二氯苯	1,3,5-三氯苯	1,2,4-三氯苯	1,2,3-三氯苯	1,2,3,5-四氯苯	1,2,4,5-四氯苯	1,2,3,4-四氯苯
低浓度样品 (0.10mg/m ³)														
测定结果 (mg/m ³)	1	0.099	0.102	0.106	0.101	0.104	0.109	0.098	0.101	0.110	0.107	0.107	0.104	0.104
	2	0.098	0.096	0.103	0.099	0.101	0.103	0.093	0.096	0.103	0.103	0.102	0.100	0.103
	3	0.096	0.093	0.102	0.094	0.098	0.104	0.092	0.093	0.102	0.100	0.099	0.098	0.098
	4	0.099	0.099	0.108	0.096	0.104	0.107	0.095	0.099	0.107	0.105	0.106	0.101	0.106
	5	0.098	0.099	0.109	0.101	0.107	0.110	0.097	0.101	0.110	0.110	0.109	0.106	0.109
	6	0.089	0.088	0.094	0.090	0.093	0.097	0.085	0.089	0.098	0.095	0.095	0.096	0.092
平均值 \bar{X}_i (mg/m ³)		0.095	0.094	0.102	0.095	0.099	0.103	0.091	0.094	0.103	0.101	0.101	0.098	0.101
标准偏差 S_i (mg/m ³)		0.0049	0.0054	0.0063	0.0043	0.0058	0.0057	0.0055	0.0056	0.0055	0.0060	0.0055	0.0055	0.0057
相对标准偏差 RSD_i		5.2	5.8	6.2	4.5	5.9	5.5	6.0	5.9	5.3	5.9	5.4	5.6	5.7
中等浓度样品 (0.5mg/m ³)														
测定结果 (mg/m ³)	1	0.531	0.529	0.530	0.537	0.543	0.557	0.531	0.520	0.548	0.549	0.562	0.544	0.564
	2	0.518	0.527	0.530	0.531	0.543	0.545	0.533	0.518	0.550	0.552	0.564	0.548	0.568
	3	0.510	0.498	0.494	0.505	0.520	0.527	0.507	0.499	0.521	0.524	0.536	0.515	0.539
	4	0.523	0.512	0.504	0.516	0.537	0.542	0.523	0.514	0.538	0.540	0.552	0.531	0.557
	5	0.541	0.530	0.521	0.538	0.549	0.552	0.533	0.529	0.550	0.556	0.564	0.543	0.566
	6	0.530	0.523	0.516	0.530	0.547	0.550	0.531	0.521	0.549	0.548	0.559	0.542	0.560
平均值 \bar{X}_i (mg/m ³)		0.526	0.520	0.516	0.526	0.540	0.546	0.526	0.517	0.543	0.545	0.556	0.537	0.559
标准偏差 S_i (mg/m ³)		0.0110	0.0126	0.0144	0.0131	0.0106	0.0103	0.0101	0.0102	0.0118	0.0113	0.0109	0.0121	0.0107
相对标准偏差 RSD_i		2.1	2.4	2.8	2.5	2.0	1.9	1.9	2.0	2.2	2.1	2.0	2.2	1.9

化合物名称	氯苯	2-氯甲苯	3-氯甲苯	4-氯甲苯	1,3-二氯苯	1,4-二氯苯	1,2-二氯苯	1,3,5-三氯苯	1,2,4-三氯苯	1,2,3-三氯苯	1,2,3,5-四氯苯	1,2,4,5-四氯苯	1,2,3,4-四氯苯	
高浓度样品 (2.5mg/m ³)														
测定结果 (mg/m ³)	1	2.50	2.59	2.59	2.56	2.65	2.65	2.61	2.54	2.65	2.67	2.73	2.64	2.71
	2	2.34	2.38	2.33	2.34	2.37	2.37	2.34	2.27	2.36	2.37	2.42	2.34	2.40
	3	2.56	2.56	2.54	2.49	2.60	2.60	2.57	2.51	2.60	2.62	2.67	2.59	2.67
	4	2.55	2.57	2.56	2.47	2.61	2.60	2.58	2.50	2.62	2.64	2.67	2.59	2.67
	5	2.69	2.73	2.79	2.72	2.85	2.85	2.82	2.72	2.84	2.88	2.93	2.83	2.92
	6	2.48	2.57	2.56	2.47	2.60	2.60	2.57	2.49	2.59	2.62	2.66	2.58	2.65
平均值 \bar{X}_i (mg/m ³)	2.52	2.57	2.56	2.51	2.61	2.61	2.58	2.50	2.61	2.63	2.68	2.59	2.67	
标准偏差 S_i (mg/m ³)	0.115	0.112	0.144	0.125	0.152	0.152	0.152	0.145	0.150	0.162	0.160	0.156	0.166	
相对标准偏差 RSD_i	4.5	4.3	5.6	5.0	5.8	5.8	5.9	5.8	5.7	6.2	6.0	6.0	6.2	

附表 5.12 方法精密度测试数据 (GDX-103 为吸附剂时)

验证单位: 杭州市萧山区环境监测站

化合物名称	氯苯	2-氯甲苯	3-氯甲苯	4-氯甲苯	1,3-二氯苯	1,4-二氯苯	1,2-二氯苯	1,3,5-三氯苯	1,2,4-三氯苯	1,2,3-三氯苯	1,2,3,5-四氯苯	1,2,4,5-四氯苯	1,2,3,4-四氯苯	
低浓度样品 (0.10mg/m ³)														
测定结果 (mg/m ³)	1	0.097	0.107	0.111	0.107	0.112	0.115	0.104	0.107	0.114	0.115	0.112	0.111	0.114
	2	0.096	0.098	0.103	0.103	0.101	0.104	0.093	0.095	0.102	0.104	0.100	0.098	0.104
	3	0.096	0.098	0.104	0.098	0.102	0.106	0.087	0.098	0.101	0.103	0.096	0.097	0.103
	4	0.097	0.099	0.100	0.098	0.102	0.104	0.093	0.097	0.102	0.103	0.099	0.099	0.104
	5	0.097	0.102	0.101	0.095	0.103	0.109	0.095	0.100	0.106	0.106	0.102	0.102	0.107
	6	0.096	0.094	0.098	0.097	0.098	0.103	0.094	0.097	0.102	0.100	0.095	0.096	0.102
平均值 \bar{X}_i (mg/m ³)	0.096	0.100	0.103	0.100	0.103	0.107	0.094	0.099	0.105	0.105	0.101	0.101	0.106	
标准偏差 S_i (mg/m ³)	0.0010	0.0026	0.0028	0.0027	0.0024	0.0025	0.0029	0.0016	0.0017	0.0024	0.0028	0.0023	0.0021	
相对标准偏差 RSD_i	1.0	2.7	2.7	2.7	2.4	2.3	3.1	1.6	1.6	2.3	2.8	2.2	2.0	

化合物名称	氯苯	2-氯甲苯	3-氯甲苯	4-氯甲苯	1,3-二氯苯	1,4-二氯苯	1,2-二氯苯	1,3,5-三氯苯	1,2,4-三氯苯	1,2,3-三氯苯	1,2,3,5-四氯苯	1,2,4,5-四氯苯	1,2,3,4-四氯苯	
中等浓度样品 (0.5mg/m ³)														
测定结果 (mg/m ³)	1	0.519	0.528	0.538	0.537	0.535	0.538	0.540	0.516	0.539	0.541	0.553	0.539	0.557
	2	0.517	0.537	0.532	0.530	0.555	0.559	0.543	0.523	0.557	0.563	0.578	0.563	0.585
	3	0.497	0.492	0.511	0.497	0.509	0.515	0.497	0.480	0.510	0.510	0.520	0.504	0.525
	4	0.517	0.528	0.544	0.545	0.551	0.563	0.544	0.523	0.559	0.563	0.570	0.546	0.577
	5	0.508	0.511	0.531	0.514	0.516	0.519	0.509	0.486	0.512	0.522	0.528	0.511	0.531
	6	0.514	0.511	0.522	0.509	0.526	0.529	0.516	0.502	0.525	0.531	0.537	0.521	0.545
平均值 \bar{X}_i (mg/m ³)	0.512	0.518	0.530	0.522	0.532	0.537	0.525	0.505	0.534	0.538	0.548	0.531	0.553	
标准偏差 S_i (mg/m ³)	0.0049	0.0150	0.0102	0.0171	0.0164	0.0196	0.0167	0.0156	0.0221	0.0207	0.0228	0.0225	0.0244	
相对标准偏差 RSD_i	1.0	2.9	1.9	3.3	3.1	3.7	3.2	3.1	4.1	3.8	4.2	4.2	4.4	
高浓度样品 (2.5mg/m ³)														
测定结果 (mg/m ³)	1	2.40	2.42	2.37	2.51	2.44	2.46	2.44	2.36	2.47	2.49	2.53	2.46	2.56
	2	2.49	2.63	2.63	2.64	2.67	2.67	2.64	2.55	2.67	2.68	2.74	2.66	2.77
	3	2.40	2.42	2.45	2.43	2.43	2.45	2.40	2.33	2.42	2.43	2.47	2.38	2.48
	4	2.43	2.40	2.38	2.46	2.45	2.45	2.43	2.34	2.46	2.48	2.52	2.42	2.52
	5	2.41	2.41	2.40	2.47	2.52	2.55	2.57	2.46	2.55	2.58	2.65	2.55	2.66
	6	2.28	2.38	2.38	2.32	2.38	2.38	2.38	2.30	2.38	2.40	2.44	2.37	2.46
平均值 \bar{X}_i (mg/m ³)	2.40	2.44	2.44	2.47	2.48	2.49	2.48	2.39	2.49	2.51	2.56	2.47	2.57	
标准偏差 S_i (mg/m ³)	0.070	0.092	0.099	0.105	0.103	0.101	0.104	0.095	0.105	0.105	0.114	0.110	0.117	
相对标准偏差 RSD_i	2.9	3.8	4.1	4.2	4.1	4.1	4.2	4.0	4.2	4.2	4.5	4.5	4.5	

1.4 方法准确度测试数据

在 3 组×6 支空白活性炭管、3 组×6 支空白 GDX-103 采样管中定量加入不同量的氯苯类混合标准溶液，分别作为低浓度、中等浓度和高浓度废气样品，以 0.5L/min 流量模拟大气采样 40min（即采用体积 20L），然后进行气相色谱测定，计算其测定结果平均回收率，测试结果见附表 6.1~6.6、6.7~6.12。

附表 6.1 方法准确度测试数据（活性炭为吸附剂时）

验证单位：杭州市环境监测中心站

化合物名称	样品	加标量 (mg/m ³)	测定结果(mg/m ³)						平均值 x_i (mg/m ³)	加标回收率 P_i (%)
			1	2	3	4	5	6		
氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.109	0.111	0.103	0.105	0.100	0.103	0.105	105
2-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.108	0.110	0.103	0.104	0.099	0.102	0.104	104
3-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.106	0.109	0.100	0.102	0.098	0.100	0.103	102
4-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.108	0.109	0.103	0.104	0.097	0.102	0.104	104
1,3-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.097	0.097	0.091	0.092	0.087	0.091	0.092	92.5
1,4-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.096	0.097	0.091	0.092	0.087	0.091	0.092	92.3
1,2-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.091	0.094	0.089	0.090	0.085	0.087	0.089	89.3
1,3,5-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.093	0.094	0.089	0.090	0.086	0.086	0.090	89.7
1,2,4-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.102	0.103	0.097	0.098	0.093	0.097	0.098	98.3
1,2,3-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.093	0.092	0.088	0.089	0.084	0.087	0.089	88.8
1,2,3,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.091	0.091	0.087	0.086	0.082	0.084	0.087	86.8
1,2,4,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.090	0.089	0.084	0.085	0.082	0.082	0.085	85.3
1,2,3,4-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.076	0.076	0.072	0.073	0.070	0.071	0.073	73.0

验证单位：杭州市环境监测中心站

续表

化合物名称	样品	加标量 (mg/m ³)	测定结果(mg/m ³)						平均值 \bar{x}_i (mg/m ³)	加标回收率 P_i (%)
			1	2	3	4	5	6		
氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	0.999	0.982	1.17	1.10	1.11	1.05	1.07	107
2-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	1.00	0.995	1.18	1.11	1.12	1.06	1.08	108
3-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	1.03	1.01	1.21	1.12	1.13	1.09	1.10	110
4-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	0.998	1.01	1.17	1.13	1.13	1.05	1.08	108
1,3-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	1.10	1.00	1.18	1.12	1.13	1.06	1.10	110
1,4-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	0.998	0.984	1.17	1.11	1.12	1.06	1.07	107
1,2-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	0.983	0.906	1.15	1.09	1.10	1.03	1.04	104
1,3,5-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	0.993	0.879	1.16	1.10	1.11	0.992	1.04	104
1,2,4-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	0.924	0.926	1.07	1.01	1.02	0.969	0.987	98.7
1,2,3-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	0.874	0.875	1.00	0.951	0.967	0.916	0.931	93.1
1,2,3,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	0.855	0.865	0.968	0.920	0.943	0.888	0.907	90.7
1,2,4,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	0.852	0.862	0.962	0.916	0.941	0.850	0.897	89.7
1,2,3,4-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	0.733	0.745	0.822	0.783	0.806	0.762	0.775	77.5

验证单位：杭州市环境监测中心站

续表

化合物名称	样品	加标量 (mg/m ³)	测定结果(mg/m ³)						平均值 \bar{x}_i (mg/m ³)	加标回收率 P_i (%)
			1	2	3	4	5	6		
氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.59	4.73	4.82	4.65	4.79	4.69	4.71	94.2
2-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.64	4.80	4.84	4.67	4.76	4.69	4.73	94.7
3-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.81	4.94	5.03	4.79	4.92	4.73	4.87	97.4
4-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.63	4.80	4.79	4.71	4.74	4.81	4.75	94.9
1,3-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.69	4.84	4.87	4.71	4.77	4.73	4.77	95.4
1,4-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.77	4.92	4.94	4.80	4.74	4.71	4.81	96.2
1,2-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.57	4.71	4.74	4.62	4.64	4.55	4.64	92.8
1,3,5-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.57	4.73	4.78	4.67	4.63	4.45	4.64	92.8
1,2,4-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.29	4.41	4.42	4.36	4.28	4.32	4.34	86.9
1,2,3-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.02	4.15	4.15	4.10	4.02	4.04	4.08	81.6
1,2,3,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	3.92	4.04	4.01	4.02	3.86	3.88	3.95	79.1
1,2,4,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	3.92	4.05	4.02	4.01	3.84	3.85	3.95	78.9
1,2,3,4-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	3.29	3.40	3.37	3.39	3.24	3.12	3.30	66.0

附表 6.2 方法准确度测试数据（活性炭为吸附剂时）

验证单位：宁波市环境监测中心

化合物名称	样品	加标量 (mg/m ³)	测定结果(mg/m ³)						平均值 \bar{x}_i (mg/m ³)	加标回收率 P_i (%)
			1	2	3	4	5	6		
氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.090	0.088	0.091	0.102	0.097	0.099	0.094	94.5
2-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.092	0.090	0.093	0.101	0.100	0.100	0.096	96.1
3-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.092	0.089	0.087	0.102	0.097	0.099	0.094	94.4
4-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.092	0.093	0.094	0.106	0.101	0.103	0.098	98.2
1,3-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.096	0.092	0.091	0.104	0.103	0.108	0.099	98.9
1,4-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.088	0.089	0.090	0.101	0.097	0.099	0.094	94.2
1,2-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.088	0.087	0.087	0.098	0.095	0.096	0.092	91.8
1,3,5-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.100	0.089	0.089	0.092	0.101	0.097	0.099	0.095	94.6
1,2,4-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.086	0.086	0.084	0.096	0.092	0.094	0.090	89.7
1,2,3-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.082	0.082	0.083	0.092	0.089	0.091	0.087	86.6
1,2,3,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.081	0.080	0.083	0.089	0.086	0.089	0.085	84.7
1,2,4,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.079	0.081	0.080	0.088	0.085	0.089	0.084	83.7
1,2,3,4-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.070	0.070	0.067	0.078	0.073	0.077	0.072	72.4

验证单位：宁波市环境监测中心

续表

化合物名称	样品	加标量 (mg/m ³)	测定结果(mg/m ³)						平均值 \bar{x}_i (mg/m ³)	加标回收率 P_i (%)
			1	2	3	4	5	6		
氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	1.00	0.991	1.04	1.03	1.03	1.02	1.02	102
2-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	0.984	0.974	1.02	1.01	1.01	1.01	1.00	100
3-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	1.01	0.991	1.03	1.02	1.02	1.02	1.02	101
4-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	0.987	0.980	1.03	1.02	1.03	1.02	1.01	101
1,3-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	0.955	0.945	0.985	0.978	0.981	0.973	0.970	97.0
1,4-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	0.958	0.952	0.993	0.986	0.991	0.988	0.978	97.8
1,2-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	0.938	0.932	0.973	0.965	0.973	0.966	0.958	95.8
1,3,5-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	0.940	0.935	0.981	0.967	0.979	0.978	0.964	96.4
1,2,4-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	0.884	0.881	0.925	0.908	0.925	0.917	0.907	90.7
1,2,3-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	0.836	0.831	0.874	0.857	0.876	0.872	0.858	85.8
1,2,3,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	0.803	0.800	0.843	0.823	0.841	0.850	0.827	82.7
1,2,4,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	0.797	0.796	0.840	0.820	0.838	0.836	0.821	82.1
1,2,3,4-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	0.690	0.684	0.726	0.704	0.724	0.723	0.708	70.8

验证单位：宁波市环境监测中心

续表

化合物名称	样品	加标量 (mg/m ³)	测定结果(mg/m ³)						平均值 \bar{x}_i (mg/m ³)	加标回收率 P_i (%)
			1	2	3	4	5	6		
氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.71	4.44	4.43	4.75	4.73	4.81	4.64	92.9
2-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.60	4.34	4.30	4.60	4.62	4.12	4.43	88.6
3-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.98	4.77	4.79	5.16	5.16	5.23	5.02	100
4-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.40	4.11	4.04	4.20	4.26	4.29	4.22	84.3
1,3-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.20	3.89	3.91	4.07	4.05	4.12	4.04	80.8
1,4-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.09	3.79	3.76	3.86	3.86	3.89	3.88	77.5
1,2-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.15	3.78	3.74	3.80	3.83	4.00	3.88	77.7
1,3,5-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	5.04	4.68	4.75	4.51	4.64	4.59	4.70	94.0
1,2,4-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.00	3.87	3.88	3.93	3.89	4.04	3.93	78.7
1,2,3-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	3.93	3.85	4.06	3.78	4.01	4.03	3.94	78.9
1,2,3,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	3.10	3.14	3.20	3.13	3.13	3.21	3.15	63.0
1,2,4,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.34	4.52	4.74	5.08	4.47	4.77	4.65	93.1
1,2,3,4-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	3.40	3.24	3.12	3.65	3.58	3.32	3.38	67.7

附表 6.3 方法准确度测试数据（活性炭为吸附剂时）

验证单位：绍兴市环境监测中心站

化合物名称	样品	加标量 (mg/m ³)	测定结果 (mg/m ³)						平均值 \bar{x}_i (mg/m ³)	加标回收率 P_i (%)
			1	2	3	4	5	6		
氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.119	0.098	0.110	0.101	0.104	0.105	0.106	106
2-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.114	0.090	0.101	0.092	0.096	0.098	0.099	98.5
3-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.109	0.090	0.106	0.096	0.100	0.102	0.101	101
4-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.111	0.099	0.104	0.098	0.100	0.100	0.102	102
1,3-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.112	0.094	0.104	0.097	0.100	0.100	0.101	101
1,4-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.108	0.095	0.105	0.098	0.102	0.101	0.102	102
1,2-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.110	0.082	0.092	0.084	0.088	0.090	0.091	91.0
1,3,5-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.100	0.117	0.110	0.114	0.110	0.113	0.108	0.112	112
1,2,4-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.101	0.087	0.097	0.088	0.092	0.092	0.093	92.8
1,2,3-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.096	0.080	0.090	0.082	0.086	0.087	0.087	86.8
1,2,3,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.097	0.079	0.087	0.080	0.082	0.084	0.085	84.8
1,2,4,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.092	0.078	0.087	0.079	0.082	0.084	0.084	83.7
1,2,3,4-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.097	0.079	0.087	0.080	0.082	0.084	0.085	84.8

验证单位：绍兴市环境监测中心站

续表

化合物名称	样品	加标量 (mg/m ³)	测定结果(mg/m ³)						平均值 \bar{x}_i (mg/m ³)	加标回收率 P_i (%)
			1	2	3	4	5	6		
氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	1.08	1.08	1.11	1.08	1.06	1.10	1.08	108
2-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	1.08	1.08	1.10	1.07	1.06	1.09	1.08	108
3-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	1.10	1.09	1.13	1.09	1.08	1.11	1.10	110
4-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	1.09	1.09	1.12	1.08	1.07	1.10	1.09	109
1,3-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	1.07	1.06	1.09	1.06	1.05	1.08	1.07	107
1,4-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	1.06	1.05	1.08	1.05	1.04	1.07	1.06	106
1,2-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	1.04	1.03	1.05	1.03	1.02	1.04	1.03	103
1,3,5-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	1.04	1.04	1.06	1.04	1.02	1.06	1.04	104
1,2,4-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	0.980	0.974	0.999	0.977	0.964	0.998	0.982	98.2
1,2,3-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	0.922	0.915	0.938	0.922	0.909	0.940	0.924	92.4
1,2,3,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	0.752	0.736	0.752	0.742	0.732	0.756	0.745	74.5
1,2,4,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	0.881	0.866	0.887	0.873	0.862	0.891	0.877	87.7
1,2,3,4-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	0.752	0.736	0.752	0.742	0.732	0.756	0.745	74.5

验证单位：绍兴市环境监测中心站

续表

化合物名称	样品	加标量 (mg/m ³)	测定结果(mg/m ³)						平均值 \bar{x}_i (mg/m ³)	加标回收率 P_i (%)
			1	2	3	4	5	6		
氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.94	4.77	4.84	4.71	4.68	4.79	4.79	95.8
2-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.92	4.75	4.80	4.66	4.61	4.72	4.74	94.8
3-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	5.00	4.84	4.89	4.77	4.71	4.82	4.84	96.8
4-氯甲苯	样品 1	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.96	4.81	4.87	4.7	4.66	4.78	4.80	96.0
1,3-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.88	4.72	4.76	4.63	4.57	4.69	4.71	94.2
1,4-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.81	4.66	4.70	4.58	4.52	4.62	4.65	93.5
1,2-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.53	4.79	4.62	4.39	4.50	4.83	4.61	92.2
1,3,5-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.57	4.80	4.66	4.42	4.53	4.79	4.63	92.5
1,2,4-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.29	4.52	4.38	4.13	4.24	4.52	4.35	86.9
1,2,3-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.02	4.22	4.10	3.87	3.97	4.21	4.06	81.3
1,2,3,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	3.15	3.31	3.22	3.03	3.11	3.31	3.19	63.7
1,2,4,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	3.80	4.00	3.89	3.62	3.71	3.94	3.83	76.5
1,2,3,4-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	3.15	3.31	3.22	3.03	3.10	3.30	3.19	63.7

附表 6.4 方法准确度测试数据（活性炭为吸附剂时）

验证单位：湖州市环境保护监测中心站

化合物名称	样品	加标量 (mg/m ³)	测定结果(mg/m ³)						平均值 \bar{x}_i (mg/m ³)	加标回收率 P_i (%)
			1	2	3	4	5	6		
氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.114	0.098	0.107	0.101	0.110	0.105	0.106	106
2-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.113	0.098	0.107	0.100	0.110	0.105	0.106	106
3-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.115	0.097	0.107	0.100	0.109	0.105	0.106	106
4-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.110	0.095	0.105	0.099	0.108	0.102	0.103	103
1,3-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.105	0.090	0.098	0.092	0.101	0.098	0.097	97.2
1,4-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.105	0.091	0.099	0.094	0.103	0.097	0.098	98.1
1,2-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.105	0.091	0.100	0.094	0.102	0.098	0.098	98.2
1,3,5-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.100	0.102	0.087	0.093	0.088	0.098	0.093	0.094	93.5
1,2,4-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.100	0.086	0.093	0.087	0.096	0.092	0.092	92.6
1,2,3-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.091	0.080	0.086	0.081	0.090	0.086	0.086	85.7
1,2,3,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.090	0.079	0.082	0.077	0.087	0.083	0.083	83.0
1,2,4,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.089	0.077	0.079	0.075	0.085	0.080	0.081	80.8
1,2,3,4-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.076	0.067	0.068	0.066	0.072	0.070	0.070	69.7

验证单位：湖州市环境保护监测中心站

续表

化合物名称	样品	加标量 (mg/m ³)	测定结果(mg/m ³)						平均值 \bar{x}_i (mg/m ³)	加标回收率 P_i (%)
			1	2	3	4	5	6		
氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	1.04	1.06	1.04	1.08	1.08	1.07	1.06	106
2-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	1.04	1.06	1.04	1.08	1.07	1.07	1.06	106
3-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	1.05	1.08	1.04	1.09	1.08	1.09	1.07	107
4-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	1.05	1.07	1.06	1.10	1.09	1.08	1.07	107
1,3-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	1.02	1.04	1.03	1.07	1.06	1.06	1.05	105
1,4-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	1.01	1.03	1.02	1.06	1.04	1.04	1.03	103
1,2-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	0.990	1.01	1.00	1.04	1.02	1.02	1.02	102
1,3,5-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	0.989	1.01	1.00	1.05	1.02	1.02	1.02	102
1,2,4-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	0.934	0.953	0.949	0.988	0.969	0.964	0.960	96.0
1,2,3-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	0.878	0.896	0.895	0.929	0.912	0.909	0.903	90.3
1,2,3,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	0.840	0.857	0.857	0.900	0.874	0.865	0.866	86.6
1,2,4,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	0.835	0.852	0.853	0.895	0.870	0.861	0.861	86.1
1,2,3,4-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	0.717	0.729	0.730	0.767	0.743	0.739	0.738	73.8

验证单位：湖州市环境保护监测中心站

续表

化合物名称	样品	加标量 (mg/m ³)	测定结果(mg/m ³)						平均值 \bar{x}_i (mg/m ³)	加标回收率 P_i (%)
			1	2	3	4	5	6		
氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.84	4.90	4.98	4.92	4.88	4.96	4.91	98.2
2-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.82	4.86	4.92	4.90	4.84	4.91	4.88	97.5
3-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.91	4.92	5.04	5.01	4.93	4.97	4.96	99.3
4-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.88	4.94	4.94	4.93	4.88	4.98	4.93	98.5
1,3-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.77	4.80	4.85	4.84	4.78	4.84	4.81	96.3
1,4-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.71	4.73	4.79	4.78	4.71	4.78	4.75	95.0
1,2-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.62	4.64	4.70	4.69	4.62	4.69	4.66	93.2
1,3,5-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.63	4.63	4.66	4.66	4.62	4.69	4.65	93.0
1,2,4-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.36	4.34	4.38	4.38	4.35	4.40	4.37	87.4
1,2,3-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.08	4.06	4.10	4.10	4.06	4.12	4.09	81.7
1,2,3,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	3.90	3.86	3.88	3.89	3.88	3.92	3.89	77.8
1,2,4,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	3.89	3.84	3.87	3.88	3.86	3.90	3.88	77.5
1,2,3,4-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	3.25	3.23	3.23	3.23	3.25	3.28	3.25	64.9

附表 6.5 方法准确度测试数据（活性炭为吸附剂时）

验证单位：嘉兴市环境保护监测站

化合物名称	样品	加标量 (mg/m ³)	测定结果(mg/m ³)						平均值 \bar{x}_i (mg/m ³)	加标回收率 P_i (%)
			1	2	3	4	5	6		
氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.101	0.109	0.109	0.104	0.116	0.107	0.108	108
2-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.105	0.113	0.113	0.108	0.100	0.113	0.109	109
3-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.098	0.109	0.107	0.102	0.110	0.106	0.105	105
4-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.097	0.109	0.110	0.101	0.117	0.109	0.107	107
1,3-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.098	0.108	0.108	0.102	0.118	0.106	0.107	107
1,4-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.097	0.107	0.107	0.101	0.116	0.106	0.106	106
1,2-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.098	0.109	0.108	0.102	0.117	0.107	0.107	107
1,3,5-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.100	0.109	0.103	0.102	0.112	0.103	0.118	0.108	108
1,2,4-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.105	0.104	0.102	0.109	0.100	0.114	0.106	106
1,2,3-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.092	0.099	0.101	0.097	0.110	0.101	0.100	100
1,2,3,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.081	0.085	0.090	0.087	0.098	0.090	0.0885	88.5
1,2,4,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.087	0.096	0.097	0.096	0.106	0.099	0.0968	96.8
1,2,3,4-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.075	0.077	0.082	0.081	0.089	0.085	0.0815	81.5

验证单位：嘉兴市环境保护监测站

续表

化合物名称	样品	加标量 (mg/m ³)	测定结果(mg/m ³)						平均值 \bar{x}_i (mg/m ³)	加标回收率 P_i (%)
			1	2	3	4	5	6		
氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	1.09	1.11	1.10	1.02	1.09	1.09	1.08	108
2-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	1.08	1.10	1.12	1.11	1.09	1.08	1.10	110
3-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	1.09	1.12	1.10	1.08	1.10	1.09	1.10	110
4-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	1.11	1.12	1.09	1.10	1.09	1.09	1.10	110
1,3-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	1.07	1.09	1.11	1.09	1.12	1.08	1.09	109
1,4-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	1.10	1.11	1.09	1.09	1.09	1.12	1.10	110
1,2-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	1.03	1.06	1.07	1.05	1.09	1.09	1.07	107
1,3,5-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	1.04	1.07	1.08	1.06	1.10	1.10	1.08	108
1,2,4-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	0.977	1.01	1.01	0.998	1.04	1.03	1.01	101
1,2,3-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	0.921	0.957	0.953	0.941	0.980	0.972	0.954	95.4
1,2,3,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	0.889	0.923	0.919	0.909	0.947	0.938	0.921	92.1
1,2,4,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	0.887	0.917	0.915	0.913	0.947	0.939	0.920	92.0
1,2,3,4-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	0.760	0.788	0.779	0.776	0.806	0.799	0.785	78.5

验证单位：嘉兴市环境保护监测站

续表

化合物名称	样品	加标量 (mg/m ³)	测定结果(mg/m ³)						平均值 \bar{x}_i (mg/m ³)	加标回收率 P_i (%)
			1	2	3	4	5	6		
氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	5.08	5.18	5.11	5.09	5.08	5.10	5.11	102
2-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	5.06	5.16	5.10	5.06	5.04	5.06	5.08	102
3-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	5.18	5.20	5.20	5.12	5.21	5.06	5.16	103
4-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	5.10	5.28	5.16	5.16	5.01	5.20	5.15	103
1,3-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	5.02	5.10	5.04	5.01	4.98	5.00	5.02	100.
1,4-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	5.34	5.32	5.37	5.32	5.20	5.21	5.29	106
1,2-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.85	4.93	4.88	4.84	4.81	4.82	4.86	97.1
1,3,5-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.90	4.99	4.92	4.88	4.86	4.85	4.90	98.0
1,2,4-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.60	4.66	4.62	4.58	4.55	4.54	4.59	91.8
1,2,3-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.31	4.38	4.34	4.29	4.26	4.25	4.30	86.1
1,2,3,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.15	4.18	4.17	4.12	4.08	4.06	4.13	82.5
1,2,4,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.16	4.14	4.22	4.14	4.04	4.03	4.12	82.4
1,2,3,4-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	3.46	3.51	3.50	3.45	3.43	3.41	3.46	69.2

附表 6.6 方法准确度测试数据（活性炭为吸附剂时）

验证单位：杭州市萧山区环境监测站

化合物名称	样品	加标量 (mg/m ³)	测定结果(mg/m ³)						平均值 \bar{x}_i (mg/m ³)	加标回收率 P_i (%)
			1	2	3	4	5	6		
氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.108	0.100	0.102	0.101	0.101	0.100	0.102	102
2-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.107	0.101	0.102	0.102	0.102	0.101	0.102	102
3-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.107	0.102	0.102	0.102	0.102	0.101	0.103	103
4-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.109	0.101	0.104	0.102	0.101	0.100	0.103	103
1,3-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.104	0.098	0.100	0.098	0.099	0.098	0.099	99.5
1,4-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.104	0.099	0.100	0.099	0.099	0.098	0.100	99.8
1,2-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.102	0.096	0.097	0.096	0.096	0.096	0.097	97.2
1,3,5-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.100	0.101	0.095	0.097	0.095	0.096	0.095	0.097	96.6
1,2,4-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.098	0.091	0.092	0.093	0.094	0.091	0.093	93.3
1,2,3-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.090	0.085	0.086	0.086	0.086	0.085	0.086	86.4
1,2,3,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.088	0.082	0.084	0.084	0.083	0.083	0.084	84.0
1,2,4,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.087	0.082	0.083	0.082	0.084	0.082	0.083	83.1
1,2,3,4-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.076	0.070	0.070	0.069	0.072	0.070	0.071	71.1

验证单位：杭州市萧山区环境监测站

续表

化合物名称	样品	加标量 (mg/m ³)	测定结果(mg/m ³)						平均值 \bar{x}_i (mg/m ³)	加标回收率 P_i (%)
			1	2	3	4	5	6		
氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	1.11	1.11	1.15	1.09	1.18	1.08	1.12	112
2-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	1.11	1.11	1.15	1.08	1.18	1.07	1.12	112
3-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	1.13	1.12	1.17	1.10	1.20	1.09	1.13	113
4-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	1.12	1.12	1.16	1.10	1.18	1.09	1.13	113
1,3-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	1.09	1.10	1.14	1.07	1.16	1.06	1.10	110
1,4-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	1.08	1.08	1.12	1.06	1.15	1.05	1.09	109
1,2-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	1.06	1.06	1.10	1.04	1.13	1.03	1.07	107
1,3,5-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	1.06	1.06	1.10	1.04	1.13	1.04	1.07	107
1,2,4-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	1.00	1.00	1.03	0.98	1.07	0.98	1.01	101
1,2,3-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	0.940	0.942	0.968	0.926	1.00	0.927	0.951	95.1
1,2,3,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	0.898	0.896	0.917	0.887	0.952	0.888	0.906	90.6
1,2,4,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	0.893	0.892	0.912	0.884	0.948	0.884	0.902	90.2
1,2,3,4-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	1.00	0.763	0.762	0.775	0.756	0.809	0.760	0.771	77.1

验证单位：杭州市萧山区环境监测站

续表

化合物名称	样品	加标量 (mg/m ³)	测定结果(mg/m ³)						平均值 \bar{x}_i (mg/m ³)	加标回收率 P_i (%)
			1	2	3	4	5	6		
氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.94	5.01	4.97	4.98	4.98	4.92	4.97	99.4
2-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.90	4.97	4.94	4.94	4.95	4.86	4.93	98.5
3-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.96	5.06	5.03	5.01	5.04	4.91	5.00	100
4-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.99	5.04	5.00	5.02	5.02	4.94	5.00	100
1,3-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.85	4.92	4.89	4.90	4.91	4.80	4.88	97.6
1,4-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.80	4.87	4.85	4.85	4.86	4.74	4.83	96.5
1,2-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.68	4.76	4.73	4.73	4.74	4.63	4.71	94.2
1,3,5-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.69	4.77	4.74	4.73	4.75	4.63	4.72	94.4
1,2,4-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.40	4.47	4.44	4.44	4.45	4.33	4.42	88.5
1,2,3-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	4.11	4.18	4.16	4.15	4.16	4.05	4.14	82.7
1,2,3,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	3.88	3.96	3.92	3.91	3.93	3.81	3.90	78.0
1,2,4,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	3.88	3.96	3.93	3.91	3.92	3.80	3.90	78.0
1,2,3,4-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	5.00	3.21	3.30	3.26	3.25	3.28	3.20	3.25	65.0

附表 6.7 方法准确度测试数据 (GDX-103 为吸附剂时)

验证单位: 杭州市环境监测中心站

化合物名称	样品	加标量 (mg/m ³)	测定结果(mg/m ³)						平均值 \bar{x}_i (mg/m ³)	加标回收率 P_i (%)
			1	2	3	4	5	6		
氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.108	0.107	0.102	0.106	0.104	0.098	0.104	104
2-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.111	0.113	0.110	0.110	0.108	0.105	0.110	110
3-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.111	0.113	0.113	0.110	0.110	0.107	0.110	110
4-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.109	0.113	0.113	0.109	0.107	0.105	0.109	109
1,3-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.088	0.090	0.091	0.091	0.090	0.090	0.090	90.0
1,4-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.108	0.109	0.110	0.106	0.103	0.104	0.107	107
1,2-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.104	0.104	0.105	0.100	0.099	0.099	0.102	102
1,3,5-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.104	0.101	0.099	0.101	0.101	0.100	0.101	101
1,2,4-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.092	0.090	0.090	0.099	0.094	0.098	0.094	93.8
1,2,3-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.100	0.095	0.094	0.098	0.096	0.093	0.096	95.9
1,2,3,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.119	0.119	0.115	0.110	0.107	0.101	0.112	112
1,2,4,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.108	0.102	0.105	0.098	0.100	0.095	0.101	101
1,2,3,4-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.120	0.122	0.114	0.120	0.109	0.106	0.115	115

验证单位：杭州市环境监测中心站

续表

化合物名称	样品	加标量 (mg/m ³)	测定结果(mg/m ³)						平均值 \bar{x}_i (mg/m ³)	加标回收率 P_i (%)
			1	2	3	4	5	6		
氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.508	0.499	0.506	0.511	0.508	0.518	0.508	102
2-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.507	0.505	0.517	0.517	0.507	0.515	0.511	102
3-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.514	0.517	0.533	0.530	0.520	0.530	0.524	105
4-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.512	0.516	0.530	0.530	0.517	0.528	0.522	105
1,3-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.449	0.454	0.468	0.471	0.456	0.463	0.460	92.3
1,4-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.468	0.471	0.485	0.483	0.466	0.474	0.475	95.1
1,2-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.479	0.473	0.494	0.491	0.473	0.483	0.482	96.3
1,3,5-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.441	0.431	0.445	0.448	0.424	0.439	0.438	87.1
1,2,4-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.438	0.445	0.457	0.453	0.436	0.455	0.447	89.6
1,2,3-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.469	0.473	0.478	0.473	0.463	0.472	0.471	93.9
1,2,3,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.430	0.449	0.451	0.453	0.446	0.434	0.444	89.2
1,2,4,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.493	0.495	0.492	0.510	0.469	0.499	0.493	98.4
1,2,3,4-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.482	0.476	0.501	0.497	0.499	0.486	0.490	98.0

验证单位：杭州市环境监测中心站

续表

化合物名称	样品	加标量 (mg/m ³)	测定结果(mg/m ³)						平均值 \bar{x}_i (mg/m ³)	加标回收率 P_i (%)
			1	2	3	4	5	6		
氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.54	2.24	2.34	2.49	2.23	2.32	2.36	94.4
2-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.63	2.45	2.48	2.62	2.46	2.45	2.52	101
3-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.66	2.50	2.55	2.67	2.52	2.51	2.57	103
4-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.67	2.48	2.53	2.65	2.51	2.49	2.55	102
1,3-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.42	2.19	2.22	2.40	2.21	2.19	2.27	90.9
1,4-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.48	2.25	2.28	2.48	2.27	2.28	2.34	93.6
1,2-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.48	2.30	2.33	2.47	2.32	2.33	2.37	94.9
1,3,5-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.38	2.17	2.21	2.35	2.17	2.17	2.24	89.7
1,2,4-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.46	2.24	2.28	2.45	2.22	2.24	2.31	92.5
1,2,3-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.49	2.28	2.30	2.45	2.26	2.30	2.34	93.8
1,2,3,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.56	2.28	2.28	2.42	2.23	2.24	2.34	93.4
1,2,4,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.64	2.39	2.43	2.65	2.43	2.55	2.52	89.9
1,2,3,4-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.60	2.43	2.43	2.54	2.36	2.40	2.46	98.4

附表 6.8 方法准确度测试数据 (GDX-103 为吸附剂时)

验证单位: 宁波市环境监测中心

化合物名称	样品	加标量 (mg/m ³)	测定结果(mg/m ³)						平均值 \bar{x}_i (mg/m ³)	加标回收率 P_i (%)
			1	2	3	4	5	6		
氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.094	0.096	0.095	0.096	0.096	0.095	0.095	95.4
2-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.092	0.096	0.095	0.095	0.101	0.097	0.097	97.0
3-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.102	0.104	0.107	0.104	0.107	0.104	0.105	104
4-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.104	0.104	0.106	0.103	0.108	0.105	0.105	105
1,3-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.099	0.099	0.101	0.098	0.105	0.101	0.100	100
1,4-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.103	0.104	0.106	0.100	0.110	0.104	0.104	104
1,2-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.106	0.099	0.101	0.098	0.103	0.114	0.105	105
1,3,5-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.096	0.092	0.092	0.092	0.098	0.098	0.095	95.2
1,2,4-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.097	0.097	0.097	0.095	0.102	0.099	0.099	98.5
1,2,3-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.102	0.101	0.099	0.099	0.106	0.104	0.102	102
1,2,3,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.097	0.094	0.092	0.092	0.102	0.098	0.096	95.8
1,2,4,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.098	0.095	0.093	0.091	0.101	0.100	0.096	96.5
1,2,3,4-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.104	0.100	0.095	0.096	0.106	0.103	0.101	101

验证单位：宁波市环境监测中心

续表

化合物名称	样品	加标量 (mg/m ³)	测定结果(mg/m ³)						平均值 \bar{x}_i (mg/m ³)	加标回收率 P_i (%)
			1	2	3	4	5	6		
氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.473	0.479	0.475	0.487	0.494	0.514	0.484	97.3
2-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.492	0.495	0.498	0.507	0.488	0.509	0.497	99.6
3-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.495	0.495	0.496	0.496	0.505	0.508	0.499	99.8
4-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.522	0.519	0.522	0.530	0.509	0.523	0.521	104
1,3-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.506	0.510	0.519	0.522	0.507	0.522	0.514	103
1,4-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.511	0.514	0.524	0.526	0.522	0.527	0.520	104
1,2-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.506	0.515	0.521	0.520	0.498	0.511	0.512	102
1,3,5-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.513	0.529	0.535	0.539	0.518	0.524	0.527	105
1,2,4-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.506	0.517	0.523	0.524	0.509	0.514	0.517	103
1,2,3-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.515	0.522	0.530	0.530	0.513	0.525	0.523	104
1,2,3,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.533	0.536	0.545	0.544	0.522	0.528	0.537	107
1,2,4,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.518	0.526	0.531	0.535	0.507	0.512	0.525	104
1,2,3,4-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.535	0.544	0.550	0.551	0.525	0.530	0.543	108

验证单位：宁波市环境监测中心

续表

化合物名称	样品	加标量 (mg/m ³)	测定结果(mg/m ³)						平均值 \bar{x}_i (mg/m ³)	加标回收率 P_i (%)
			1	2	3	4	5	6		
氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.35	2.21	2.51	2.24	2.23	2.26	2.30	91.8
2-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.36	2.36	2.50	2.33	2.33	2.35	2.38	95.0
3-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.36	2.27	2.43	2.26	2.29	2.34	2.33	93.0
4-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.40	2.40	2.52	2.37	2.32	2.39	2.42	96.1
1,3-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.35	2.37	2.47	2.34	2.33	2.39	2.38	95.0
1,4-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.36	2.36	2.47	2.34	2.33	2.39	2.38	95.0
1,2-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.39	2.42	2.52	2.38	2.39	2.42	2.42	96.8
1,3,5-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.40	2.42	2.43	2.34	2.35	2.42	2.40	95.7
1,2,4-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.40	2.42	2.46	2.38	2.39	2.44	2.42	96.6
1,2,3-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.40	2.39	2.47	2.37	2.37	2.43	2.42	96.3
1,2,3,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.42	2.48	2.48	2.45	2.44	2.50	2.47	98.4
1,2,4,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.36	2.42	2.41	2.37	2.38	2.44	2.40	95.8
1,2,3,4-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.44	2.48	2.48	2.46	2.46	2.52	2.49	99.1

附表 6.9 方法准确度测试数据 (GDX-103 为吸附剂时)

验证单位: 绍兴市环境监测中心站

化合物名称	样品	加标量 (mg/m ³)	测定结果(mg/m ³)						平均值 \bar{x}_i (mg/m ³)	加标回收率 P_i (%)
			1	2	3	4	5	6		
氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.099	0.100	0.101	0.101	0.103	0.096	0.100	100
2-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.107	0.101	0.099	0.103	0.107	0.094	0.102	102
3-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.113	0.105	0.107	0.109	0.112	0.099	0.108	108
4-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.107	0.099	0.103	0.105	0.104	0.093	0.102	102
1,3-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.116	0.112	0.109	0.111	0.113	0.103	0.111	111
1,4-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.121	0.115	0.115	0.117	0.120	0.107	0.116	116
1,2-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.106	0.100	0.099	0.100	0.105	0.092	0.100	100
1,3,5-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.110	0.105	0.101	0.107	0.111	0.098	0.105	105
1,2,4-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.120	0.113	0.110	0.114	0.119	0.108	0.114	114
1,2,3-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.121	0.113	0.110	0.116	0.119	0.105	0.114	114
1,2,3,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.117	0.111	0.106	0.113	0.118	0.106	0.112	112
1,2,4,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.110	0.105	0.102	0.108	0.111	0.098	0.105	105
1,2,3,4-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.117	0.113	0.108	0.115	0.119	0.108	0.114	114

验证单位：绍兴市环境监测中心站

续表

化合物名称	样品	加标量 (mg/m ³)	测定结果(mg/m ³)						平均值 \bar{x}_i (mg/m ³)	加标回收率 P_i (%)
			1	2	3	4	5	6		
氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.507	0.506	0.477	0.494	0.493	0.495	0.495	99.1
2-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.514	0.499	0.477	0.489	0.486	0.487	0.492	98.6
3-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.515	0.506	0.480	0.501	0.487	0.488	0.496	99.3
4-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.529	0.508	0.492	0.499	0.497	0.494	0.503	101
1,3-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.531	0.517	0.493	0.507	0.503	0.506	0.510	102
1,4-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.537	0.522	0.499	0.512	0.509	0.511	0.515	103
1,2-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.517	0.501	0.478	0.492	0.492	0.489	0.495	99.2
1,3,5-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.503	0.483	0.460	0.479	0.474	0.474	0.479	96.0
1,2,4-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.533	0.523	0.497	0.509	0.506	0.504	0.512	102
1,2,3-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.533	0.516	0.492	0.505	0.505	0.504	0.509	102
1,2,3,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.541	0.533	0.503	0.514	0.510	0.511	0.519	104
1,2,4,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.523	0.515	0.484	0.495	0.492	0.495	0.501	100
1,2,3,4-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.541	0.527	0.498	0.514	0.514	0.514	0.518	104

验证单位：绍兴市环境监测中心站

续表

化合物名称	样品	加标量 (mg/m ³)	测定结果(mg/m ³)						平均值 \bar{x}_i (mg/m ³)	加标回收率 P_i (%)
			1	2	3	4	5	6		
氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.38	2.31	2.40	2.18	2.38	2.23	2.31	92.5
2-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.42	2.42	2.44	2.23	2.44	2.27	2.37	94.8
3-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.42	2.43	2.47	2.24	2.51	2.34	2.40	96.0
4-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.49	2.43	2.42	2.24	2.50	2.23	2.38	95.4
1,3-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.40	2.41	2.41	2.20	2.51	2.24	2.36	94.5
1,4-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.42	2.43	2.42	2.22	2.52	2.26	2.38	95.2
1,2-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.41	2.40	2.41	2.23	2.54	2.26	2.38	95.0
1,3,5-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.43	2.43	2.43	2.23	2.55	2.31	2.40	95.9
1,2,4-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.42	2.41	2.41	2.22	2.51	2.25	2.37	94.8
1,2,3-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.45	2.42	2.42	2.22	2.54	2.25	2.38	95.4
1,2,3,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.49	2.46	2.46	2.25	2.64	2.29	2.43	97.2
1,2,4,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.41	2.38	2.38	2.18	2.55	2.22	2.35	94.2
1,2,3,4-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.51	2.47	2.46	2.29	2.65	2.30	2.45	97.9

附表 6.10 方法准确度测试数据 (GDX-103 为吸附剂时)

验证单位: 湖州市环境保护监测中心站

化合物名称	样品	加标量 (mg/m ³)	测定结果(mg/m ³)						平均值 \bar{x}_i (mg/m ³)	加标回收率 P_i (%)
			1	2	3	4	5	6		
氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.093	0.095	0.096	0.099	0.098	0.095	0.096	96.0
2-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.097	0.107	0.099	0.097	0.097	0.097	0.099	99.0
3-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.104	0.116	0.107	0.104	0.108	0.104	0.107	107
4-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.093	0.106	0.099	0.101	0.097	0.097	0.099	98.8
1,3-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.100	0.110	0.105	0.100	0.100	0.100	0.102	102
1,4-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.103	0.117	0.108	0.105	0.104	0.106	0.107	107
1,2-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.095	0.108	0.101	0.097	0.096	0.098	0.099	99.2
1,3,5-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.091	0.107	0.097	0.094	0.092	0.096	0.096	96.2
1,2,4-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.109	0.105	0.105	0.108	0.101	0.098	0.104	104
1,2,3-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.098	0.117	0.101	0.098	0.097	0.098	0.102	102
1,2,3,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.099	0.117	0.101	0.099	0.097	0.099	0.102	102
1,2,4,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.099	0.111	0.097	0.094	0.094	0.092	0.098	97.9
1,2,3,4-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.098	0.113	0.098	0.093	0.094	0.094	0.098	98.2

验证单位：湖州市环境保护监测中心站

续表

化合物名称	样品	加标量 (mg/m ³)	测定结果(mg/m ³)						平均值 \bar{x}_i (mg/m ³)	加标回收率 P_i (%)
			1	2	3	4	5	6		
氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.504	0.505	0.493	0.511	0.489	0.498	0.500	100
2-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.501	0.517	0.495	0.514	0.480	0.489	0.499	99.9
3-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.505	0.515	0.504	0.528	0.482	0.498	0.505	101
4-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.501	0.514	0.490	0.516	0.483	0.488	0.499	99.7
1,3-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.508	0.516	0.503	0.530	0.487	0.495	0.507	101
1,4-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.512	0.533	0.507	0.534	0.488	0.499	0.512	102
1,2-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.506	0.510	0.498	0.522	0.478	0.491	0.501	100
1,3,5-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.485	0.489	0.482	0.506	0.468	0.478	0.485	96.9
1,2,4-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.520	0.529	0.511	0.539	0.484	0.500	0.514	103
1,2,3-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.510	0.516	0.502	0.529	0.482	0.492	0.505	101
1,2,3,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.521	0.529	0.514	0.545	0.489	0.500	0.516	103
1,2,4,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.509	0.516	0.500	0.532	0.473	0.484	0.502	100
1,2,3,4-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.520	0.529	0.513	0.543	0.494	0.502	0.517	103

验证单位：湖州市环境保护监测中心站

续表

化合物名称	样品	加标量 (mg/m ³)	测定结果(mg/m ³)						平均值 \bar{x}_i (mg/m ³)	加标回收率 P_i (%)
			1	2	3	4	5	6		
氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.44	2.39	2.25	2.53	2.42	2.38	2.40	96.0
2-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.45	2.50	2.27	2.56	2.44	2.49	2.45	98.1
3-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.44	2.52	2.30	2.57	2.44	2.48	2.46	98.5
4-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.48	2.50	2.26	2.52	2.44	2.46	2.44	97.7
1,3-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.45	2.50	2.27	2.56	2.44	2.48	2.45	98.0
1,4-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.45	2.50	2.27	2.56	2.44	2.48	2.45	98.1
1,2-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.45	2.50	2.27	2.56	2.45	2.48	2.45	98.0
1,3,5-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.46	2.50	2.27	2.58	2.46	2.49	2.46	98.4
1,2,4-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.45	2.50	2.26	2.56	2.43	2.45	2.44	97.6
1,2,3-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.46	2.50	2.26	2.57	2.44	2.48	2.45	98.2
1,2,3,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.49	2.53	2.28	2.61	2.46	2.51	2.48	99.2
1,2,4,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.43	2.46	2.23	2.56	2.41	2.45	2.42	96.9
1,2,3,4-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.52	2.58	2.34	2.67	2.52	2.56	2.53	101

附表 6.11 方法准确度测试数据 (GDX-103 为吸附剂时)

验证单位: 嘉兴市环境保护监测站

化合物名称	样品	加标量 (mg/m ³)	测定结果(mg/m ³)						平均值 \bar{x}_i (mg/m ³)	加标回收率 P_i (%)
			1	2	3	4	5	6		
氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.099	0.098	0.096	0.099	0.098	0.089	0.095	94.7
2-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.102	0.096	0.093	0.099	0.099	0.088	0.094	94.0
3-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.106	0.103	0.102	0.108	0.109	0.094	0.102	102
4-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.101	0.099	0.094	0.096	0.101	0.090	0.095	95.1
1,3-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.104	0.101	0.098	0.104	0.107	0.093	0.099	99.0
1,4-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.109	0.103	0.104	0.107	0.110	0.097	0.103	103
1,2-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.098	0.093	0.092	0.095	0.097	0.085	0.091	90.9
1,3,5-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.101	0.096	0.093	0.099	0.101	0.089	0.094	94.2
1,2,4-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.110	0.103	0.102	0.107	0.110	0.098	0.103	103
1,2,3-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.107	0.103	0.100	0.105	0.110	0.095	0.101	101
1,2,3,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.107	0.102	0.099	0.106	0.109	0.096	0.101	101
1,2,4,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.104	0.100	0.098	0.101	0.106	0.092	0.098	98.0
1,2,3,4-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.104	0.103	0.098	0.106	0.109	0.096	0.101	101

验证单位：嘉兴市环境保护监测站

续表

化合物名称	样品	加标量 (mg/m ³)	测定结果(mg/m ³)						平均值 \bar{x}_i (mg/m ³)	加标回收率 P_i (%)
			1	2	3	4	5	6		
氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.531	0.518	0.510	0.523	0.541	0.530	0.526	105
2-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.529	0.527	0.498	0.512	0.530	0.523	0.520	104
3-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.530	0.530	0.494	0.504	0.521	0.516	0.516	103
4-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.537	0.531	0.505	0.516	0.538	0.530	0.526	105
1,3-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.543	0.543	0.520	0.537	0.549	0.547	0.540	108
1,4-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.557	0.545	0.527	0.542	0.552	0.550	0.546	109
1,2-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.531	0.533	0.507	0.523	0.533	0.531	0.526	106
1,3,5-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.520	0.518	0.499	0.514	0.529	0.521	0.517	104
1,2,4-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.548	0.550	0.521	0.538	0.550	0.549	0.543	109
1,2,3-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.549	0.552	0.524	0.540	0.556	0.548	0.545	109
1,2,3,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.562	0.564	0.536	0.552	0.564	0.559	0.556	112
1,2,4,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.544	0.548	0.515	0.531	0.543	0.542	0.537	108
1,2,3,4-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.564	0.568	0.539	0.557	0.566	0.560	0.559	112

验证单位：嘉兴市环境保护监测站

续表

化合物名称	样品	加标量 (mg/m ³)	测定结果(mg/m ³)						平均值 \bar{x}_i (mg/m ³)	加标回收率 P_i (%)
			1	2	3	4	5	6		
氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.50	2.34	2.56	2.55	2.69	2.48	2.52	101
2-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.59	2.38	2.56	2.57	2.73	2.57	2.57	103
3-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.59	2.33	2.54	2.56	2.78	2.56	2.56	102
4-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.56	2.34	2.49	2.47	2.72	2.47	2.51	100
1,3-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.65	2.37	2.60	2.61	2.84	2.60	2.61	105
1,4-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.65	2.37	2.60	2.60	2.85	2.60	2.61	104
1,2-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.61	2.34	2.57	2.58	2.82	2.57	2.58	103
1,3,5-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.54	2.27	2.51	2.50	2.72	2.49	2.50	100
1,2,4-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.65	2.36	2.60	2.62	2.84	2.59	2.61	104
1,2,3-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.67	2.37	2.62	2.64	2.88	2.62	2.63	105
1,2,3,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.73	2.42	2.67	2.67	2.92	2.66	2.68	107
1,2,4,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.64	2.34	2.58	2.59	2.82	2.58	2.59	104
1,2,3,4-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.71	2.40	2.67	2.67	2.92	2.65	2.67	107

附表 6.12 方法准确度测试数据 (GDX-103 为吸附剂时)

验证单位: 杭州市萧山环境监测站

化合物名称	样品	加标量 (mg/m ³)	测定结果(mg/m ³)						平均值 \bar{x}_i (mg/m ³)	加标回收率 P_i (%)
			1	2	3	4	5	6		
氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.097	0.096	0.096	0.097	0.097	0.096	0.096	96.4
2-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.107	0.098	0.098	0.099	0.102	0.094	0.100	99.6
3-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.111	0.103	0.104	0.100	0.101	0.098	0.103	103
4-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.107	0.103	0.098	0.098	0.095	0.097	0.100	99.5
1,3-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.112	0.101	0.102	0.102	0.103	0.098	0.103	103
1,4-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.115	0.104	0.106	0.104	0.109	0.103	0.107	107
1,2-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.104	0.093	0.087	0.093	0.095	0.094	0.094	94.4
1,3,5-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.107	0.095	0.098	0.097	0.100	0.097	0.099	99.0
1,2,4-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.114	0.102	0.101	0.102	0.106	0.102	0.105	105
1,2,3-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.115	0.104	0.103	0.103	0.106	0.100	0.105	105
1,2,3,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.112	0.100	0.096	0.099	0.102	0.095	0.101	101
1,2,4,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.111	0.098	0.097	0.099	0.102	0.096	0.101	101
1,2,3,4-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.10	0.114	0.104	0.103	0.104	0.107	0.102	0.106	106

验证单位：杭州市萧山区环境监测站

续表

化合物名称	样品	加标量 (mg/m ³)	测定结果(mg/m ³)						平均值 \bar{x}_i (mg/m ³)	加标回收率 P_i (%)
			1	2	3	4	5	6		
氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.519	0.517	0.497	0.517	0.508	0.514	0.512	102
2-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.528	0.537	0.492	0.528	0.511	0.511	0.518	104
3-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.538	0.532	0.511	0.544	0.531	0.522	0.530	106
4-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.537	0.530	0.497	0.545	0.514	0.509	0.522	104
1,3-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.535	0.555	0.509	0.551	0.516	0.526	0.532	106
1,4-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.538	0.559	0.515	0.563	0.519	0.529	0.537	107
1,2-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.540	0.543	0.497	0.544	0.509	0.516	0.525	105
1,3,5-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.516	0.523	0.480	0.523	0.486	0.502	0.505	101
1,2,4-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.539	0.557	0.510	0.559	0.526	0.525	0.534	107
1,2,3-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.541	0.563	0.510	0.563	0.522	0.531	0.538	107
1,2,3,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.553	0.578	0.520	0.570	0.528	0.537	0.548	109
1,2,4,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.539	0.563	0.504	0.546	0.511	0.521	0.531	106
1,2,3,4-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.557	0.585	0.525	0.577	0.531	0.545	0.553	110

验证单位：杭州市萧山区环境监测站

续表

化合物名称	样品	加标量 (mg/m ³)	测定结果(mg/m ³)						平均值 \bar{x}_i (mg/m ³)	加标回收率 P_i (%)
			1	2	3	4	5	6		
氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.40	2.49	2.40	2.43	2.41	2.28	2.40	96.1
2-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.42	2.63	2.42	2.40	2.41	2.38	2.44	97.7
3-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.37	2.63	2.45	2.38	2.40	2.38	2.44	97.4
4-氯甲苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.51	2.64	2.43	2.46	2.47	2.32	2.47	98.8
1,3-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.44	2.67	2.43	2.45	2.52	2.38	2.48	99.2
1,4-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.46	2.67	2.45	2.45	2.55	2.38	2.49	99.6
1,2-二氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.44	2.64	2.40	2.43	2.57	2.38	2.48	99.1
1,3,5-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.36	2.55	2.33	2.34	2.46	2.30	2.39	95.5
1,2,4-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.47	2.67	2.42	2.46	2.55	2.38	2.49	99.8
1,2,3-三氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.49	2.68	2.43	2.48	2.58	2.40	2.51	100
1,2,3,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.53	2.74	2.47	2.52	2.65	2.44	2.56	102
1,2,4,5-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.46	2.66	2.38	2.42	2.55	2.37	2.47	98.9
1,2,3,4-四氯苯	空白样	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	2.50	2.56	2.77	2.48	2.52	2.66	2.46	2.57	103

1.5 实际样品加标测试数据

按照标准草案的方法，以活性炭实际采集浙江上虞某化工厂固定污染源废气中含氯苯类化合物的样品，将其解吸液分成 12 份，对其中 6 份样品进行基体加标试验，计算气体样品中氯苯类化合物各组分的浓度以及加标测定结果，测试结果见附表 7.1~7.6。

附表 7.1 实际样品加标测试数据表（活性炭为吸附剂）

验证单位：杭州市环境监测中心站

化合物名称	样品	加标量 (mg/m ³)	测定结果(mg/m ³)						均值 \bar{x}_i	加标回收率 P_i (%)
			1	2	3	4	5	6		
氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.492	0.464	0.491	0.497	0.510	0.494	0.491	98.3
2-氯甲苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.497	0.469	0.494	0.500	0.513	0.500	0.496	99.1
3-氯甲苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.502	0.474	0.498	0.507	0.519	0.507	0.501	100.2
4-氯甲苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.494	0.467	0.492	0.496	0.507	0.497	0.492	98.4
1,3-二氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.508	0.484	0.503	0.511	0.525	0.503	0.506	101.1
1,4-二氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.507	0.485	0.502	0.509	0.523	0.488	0.502	100.5
1,2-二氯苯	样品 2	/	0.178	0.184	0.175	0.172	0.176	0.169	0.176	/
	加标测定值	0.50	0.695	0.666	0.689	0.699	0.719	0.643	0.685	101.9
1,3,5-三氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.511	0.494	0.503	0.513	0.526	0.475	0.504	100.8
1,2,4-三氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.500	0.486	0.491	0.501	0.515	0.503	0.499	99.9
1,2,3-三氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.500	0.488	0.491	0.500	0.515	0.503	0.500	99.9
1,2,3,5-四氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.505	0.502	0.491	0.502	0.516	0.509	0.504	100.8
1,2,4,5-四氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.505	0.503	0.491	0.502	0.516	0.510	0.504	100.9
1,2,3,4-四氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.507	0.509	0.492	0.503	0.517	0.513	0.507	101.3

附表 7.2 实际样品加标测试数据表（活性炭为吸附剂）

验证单位：宁波市环境监测中心

化合物名称	样品	加标量 (mg/m ³)	测定结果(mg/m ³)							均值 \bar{x}_i	加标回收率 P_i (%)
			1	2	3	4	5	6			
氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.536	0.528	0.532	0.527	0.523	0.524	0.528	105.7	
2-氯甲苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.559	0.532	0.575	0.572	0.557	0.547	0.557	111.4	
3-氯甲苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.548	0.534	0.544	0.539	0.560	0.561	0.548	109.6	
4-氯甲苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.550	0.536	0.546	0.541	0.563	0.570	0.551	110.2	
1,3-二氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.544	0.534	0.536	0.532	0.532	0.531	0.535	107.0	
1,4-二氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.562	0.552	0.554	0.549	0.550	0.550	0.553	110.6	
1,2-二氯苯	样品 2	/	0.080	0.096	0.083	0.099	0.097	0.089	0.091	/	
	加标测定值	0.50	0.615	0.606	0.623	0.618	0.626	0.632	0.620	105.9	
1,3,5-三氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.560	0.539	0.567	0.557	0.521	0.532	0.546	109.2	
1,2,4-三氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.559	0.555	0.555	0.550	0.552	0.552	0.554	110.7	
1,2,3-三氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.571	0.559	0.566	0.561	0.556	0.558	0.562	112.4	
1,2,3,5-四氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.616	0.561	0.562	0.560	0.561	0.560	0.570	114.0	
1,2,4,5-四氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.579	0.557	0.561	0.557	0.562	0.561	0.563	112.6	
1,2,3,4-四氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.668	0.575	0.572	0.564	0.574	0.567	0.587	117.3	

附表 7.3 实际样品加标测试数据表（活性炭为吸附剂）

验证单位：绍兴市环境监测中心站

化合物名称	样品	加标量 (mg/m ³)	测定结果(mg/m ³)							均值 \bar{x}_i	加标回收率 P_i (%)
			1	2	3	4	5	6			
氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.484	0.484	0.482	0.482	0.527	0.531	0.498	99.6	
2-氯甲苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.482	0.481	0.479	0.479	0.530	0.532	0.497	99.4	
3-氯甲苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.480	0.480	0.478	0.480	0.528	0.532	0.496	99.2	
4-氯甲苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.484	0.481	0.481	0.480	0.531	0.534	0.498	99.6	
1,3-二氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.482	0.482	0.480	0.480	0.530	0.534	0.498	99.6	
1,4-二氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.484	0.482	0.481	0.481	0.531	0.534	0.499	99.8	
1,2-二氯苯	样品 2	/	0.162	0.163	0.188	0.192	0.173	0.220	0.183	/	
	加标测定值	0.50	0.656	0.654	0.652	0.652	0.722	0.771	0.684	100	
1,3,5-三氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.484	0.483	0.480	0.481	0.532	0.534	0.498	99.6	
1,2,4-三氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.482	0.482	0.480	0.480	0.526	0.530	0.497	99.4	
1,2,3-三氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.482	0.481	0.480	0.480	0.525	0.528	0.496	99.2	
1,2,3,5-四氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.476	0.476	0.474	0.474	0.518	0.520	0.490	98.0	
1,2,4,5-四氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.478	0.478	0.476	0.476	0.518	0.522	0.492	98.4	
1,2,3,4-四氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.476	0.476	0.474	0.474	0.528	0.520	0.490	98.0	

附表 7.4 实际样品加标测试数据表（活性炭为吸附剂）

验证单位：湖州市环境保护监测中心站

化合物名称	样品	加标量 (mg/m ³)	测定结果(mg/m ³)							均值 \bar{x}_i	加标回收率 P_i (%)
			1	2	3	4	5	6			
氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/	
	加标测定值	0.50	0.520	0.520	0.528	0.519	0.514	0.521	0.520	104.1	
2-氯甲苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/	
	加标测定值	0.50	0.516	0.518	0.524	0.517	0.514	0.520	0.518	103.6	
3-氯甲苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/	
	加标测定值	0.50	0.518	0.516	0.525	0.518	0.512	0.518	0.518	103.6	
4-氯甲苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/	
	加标测定值	0.50	0.513	0.518	0.522	0.514	0.516	0.520	0.517	103.5	
1,3-二氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/	
	加标测定值	0.50	0.513	0.516	0.522	0.514	0.513	0.520	0.516	103.2	
1,4-二氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/	
	加标测定值	0.50	0.513	0.516	0.521	0.513	0.512	0.519	0.516	103.2	
1,2-二氯苯	样品 2	/	0.176	0.176	0.178	0.178	0.178	0.182	0.178	/	
	加标测定值	0.50	0.698	0.702	0.709	0.700	0.699	0.707	0.703	105.0	
1,3,5-三氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/	
	加标测定值	0.50	0.505	0.509	0.513	0.505	0.508	0.515	0.509	101.8	
1,2,4-三氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/	
	加标测定值	0.50	0.506	0.508	0.513	0.506	0.510	0.516	0.510	102.0	
1,2,3-三氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/	
	加标测定值	0.50	0.505	0.507	0.512	0.505	0.509	0.515	0.509	101.8	
1,2,3,5-四氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/	
	加标测定值	0.50	0.503	0.505	0.509	0.502	0.511	0.516	0.508	101.5	
1,2,4,5-四氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/	
	加标测定值	0.50	0.501	0.503	0.507	0.500	0.510	0.515	0.506	101.2	
1,2,3,4-四氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/	
	加标测定值	0.50	0.500	0.502	0.505	0.500	0.510	0.515	0.505	101.1	

附表 7.5 实际样品加标测试数据表（活性炭为吸附剂）

验证单位：嘉兴市环境保护监测站

化合物名称	样品	加标量 (mg/m ³)	测定结果(mg/m ³)							均值 \bar{x}_i	加标回收率 P_i (%)
			1	2	3	4	5	6			
氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.534	0.531	0.530	0.528	0.529	0.526	0.529	105.9	
2-氯甲苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.533	0.530	0.530	0.527	0.528	0.528	0.529	105.8	
3-氯甲苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.527	0.529	0.525	0.524	0.523	0.531	0.526	105.3	
4-氯甲苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.541	0.531	0.535	0.530	0.533	0.525	0.532	106.5	
1,3-二氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.533	0.529	0.529	0.526	0.528	0.529	0.529	105.7	
1,4-二氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.533	0.530	0.530	0.526	0.528	0.529	0.529	105.8	
1,2-二氯苯	样品 2	/	0.186	0.183	0.183	0.182	0.184	0.185	0.184	0.184	/
	加标测定值	0.50	0.722	0.717	0.717	0.712	0.715	0.718	0.716	106.5	
1,3,5-三氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.531	0.527	0.527	0.524	0.528	0.530	0.527	105.5	
1,2,4-三氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.530	0.527	0.527	0.524	0.527	0.531	0.527	105.5	
1,2,3-三氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.530	0.527	0.527	0.508	0.526	0.530	0.525	104.9	
1,2,3,5-四氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.532	0.529	0.529	0.525	0.529	0.533	0.530	105.9	
1,2,4,5-四氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.529	0.526	0.525	0.522	0.530	0.532	0.527	105.4	
1,2,3,4-四氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.533	0.530	0.530	0.526	0.528	0.517	0.527	105.4	

附表 7.6 实际样品加标测试数据表（活性炭为吸附剂）

验证单位：杭州市萧山区环境监测站

化合物名称	样品	加标量 (mg/m ³)	测定结果(mg/m ³)							均值 \bar{x}_i	加标回收率 P_i (%)
			1	2	3	4	5	6			
氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.502	0.504	0.506	0.508	0.520	0.518	0.508	101.6	
2-氯甲苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.500	0.504	0.504	0.508	0.508	0.517	0.507	101.4	
3-氯甲苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.497	0.498	0.505	0.502	0.504	0.512	0.503	100.6	
4-氯甲苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.504	0.510	0.504	0.513	0.511	0.522	0.510	102.0	
1,3-二氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.500	0.503	0.504	0.508	0.506	0.516	0.506	101.2	
1,4-二氯苯	样品 2	/	0.27	0.28	0.28	0.26	0.26	0.28	0.28	0.28	/
	加标测定值	0.50	0.501	0.505	0.506	0.509	0.508	0.516	0.508	96.0	
1,2-二氯苯	样品 2	/	0.182	0.180	0.178	0.178	0.178	0.176	0.178	0.178	/
	加标测定值	0.50	0.679	0.683	0.686	0.690	0.688	0.700	0.388	101.8	
1,3,5-三氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.499	0.502	0.503	0.506	0.504	0.514	0.505	101.0	
1,2,4-三氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.499	0.504	0.504	0.508	0.508	0.516	0.506	101.3	
1,2,3-三氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.498	0.504	0.504	0.507	0.505	0.514	0.506	101.1	
1,2,3,5-四氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.500	0.506	0.506	0.508	0.506	0.516	0.507	101.4	
1,2,4,5-四氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.501	0.507	0.506	0.508	0.506	0.517	0.508	101.5	
1,2,3,4-四氯苯	样品 2	/	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	/
	加标测定值	0.50	0.499	0.505	0.505	0.508	0.504	0.516	0.506	101.2	

2. 方法验证数据汇总

2.1 方法检出限、测定下限测试数据汇总

以活性炭、GDX-103 为吸附剂时，气体样品中氯苯类化合物测定方法检出限、测定下限汇总分别见附表 8.1、附表 8.2。

附表 8.1 方法检出限、测定下限汇总表（活性炭为吸附剂）

单位：mg/m³

化合物名称	实验室编号												检出限	测定下限
	实验室 1		实验室 2		实验室 3		实验室 4		实验室 5		实验室 6			
	检出限	测定下限	检出限	测定下限	检出限	测定下限	检出限	测定下限	检出限	测定下限	检出限	测定下限		
氯苯	0.013	0.053	0.017	0.066	0.022	0.088	0.017	0.068	0.017	0.068	0.009	0.035	0.022	0.088
2-氯甲苯	0.014	0.055	0.017	0.066	0.025	0.100	0.017	0.068	0.016	0.064	0.007	0.027	0.025	0.100
3-氯甲苯	0.014	0.057	0.019	0.075	0.020	0.082	0.019	0.076	0.019	0.075	0.009	0.034	0.020	0.082
4-氯甲苯	0.014	0.057	0.017	0.069	0.017	0.067	0.017	0.068	0.020	0.079	0.008	0.030	0.020	0.079
1,3-二氯苯	0.013	0.052	0.019	0.077	0.019	0.074	0.017	0.068	0.018	0.072	0.007	0.029	0.019	0.077
1,4-二氯苯	0.012	0.050	0.017	0.068	0.014	0.055	0.016	0.064	0.015	0.060	0.008	0.030	0.017	0.068
1,2-二氯苯	0.011	0.043	0.016	0.062	0.020	0.082	0.015	0.060	0.015	0.058	0.007	0.030	0.020	0.082
1,3,5-三氯苯	0.011	0.043	0.016	0.063	0.010	0.039	0.017	0.068	0.016	0.062	0.008	0.030	0.017	0.068
1,2,4-三氯苯	0.012	0.048	0.016	0.064	0.016	0.064	0.016	0.064	0.012	0.048	0.007	0.028	0.016	0.064
1,2,3-三氯苯	0.011	0.043	0.013	0.054	0.017	0.066	0.013	0.052	0.013	0.050	0.008	0.030	0.017	0.066
1,2,3,5-四氯苯	0.012	0.049	0.012	0.048	0.019	0.076	0.014	0.056	0.011	0.046	0.006	0.025	0.019	0.076
1,2,4,5-四氯苯	0.012	0.047	0.013	0.052	0.015	0.060	0.015	0.060	0.012	0.050	0.006	0.025	0.015	0.060
1,2,3,4-四氯苯	0.008	0.033	0.014	0.058	0.019	0.076	0.011	0.044	0.006	0.025	0.006	0.025	0.019	0.076

附表 8.2 方法检出限、测定下限汇总表 (GDX-103 为吸附剂)

单位: mg/m^3

化合物名称	实验室编号												检出限	测定下限
	实验室 1		实验室 2		实验室 3		实验室 4		实验室 5		实验室 6			
	检出限	测定下限	检出限	测定下限	检出限	测定下限	检出限	测定下限	检出限	测定下限	检出限	测定下限		
氯苯	0.015	0.062	0.020	0.081	0.013	0.054	0.006	0.024	0.013	0.050	0.006	0.025	0.020	0.081
2-氯甲苯	0.023	0.092	0.016	0.066	0.017	0.068	0.012	0.047	0.016	0.064	0.014	0.055	0.023	0.092
3-氯甲苯	0.023	0.091	0.020	0.079	0.017	0.067	0.013	0.053	0.015	0.060	0.019	0.075	0.023	0.091
4-氯甲苯	0.024	0.095	0.021	0.083	0.017	0.069	0.012	0.049	0.013	0.050	0.015	0.062	0.024	0.095
1,3-二氯苯	0.010	0.039	0.022	0.086	0.015	0.059	0.012	0.048	0.014	0.054	0.022	0.088	0.022	0.088
1,4-二氯苯	0.021	0.085	0.019	0.076	0.016	0.064	0.015	0.061	0.014	0.057	0.020	0.081	0.021	0.085
1,2-二氯苯	0.024	0.094	0.032	0.127	0.017	0.066	0.014	0.057	0.016	0.065	0.021	0.085	0.032	0.127
1,3,5-三氯苯	0.010	0.041	0.024	0.095	0.018	0.074	0.016	0.066	0.015	0.061	0.018	0.073	0.024	0.095
1,2,4-三氯苯	0.019	0.076	0.020	0.082	0.016	0.065	0.049	0.198	0.014	0.057	0.019	0.075	0.049	0.198
1,2,3-三氯苯	0.022	0.087	0.022	0.087	0.019	0.077	0.022	0.088	0.015	0.060	0.021	0.085	0.022	0.088
1,2,3,5-四氯苯	0.030	0.118	0.022	0.087	0.017	0.069	0.021	0.086	0.015	0.061	0.024	0.098	0.030	0.118
1,2,4,5-四氯苯	0.024	0.096	0.022	0.090	0.017	0.066	0.019	0.078	0.013	0.053	0.022	0.087	0.024	0.096
1,2,3,4-四氯苯	0.027	0.106	0.024	0.095	0.016	0.063	0.022	0.090	0.013	0.052	0.020	0.081	0.027	0.106

当以活性炭为吸附剂、0.5L/min 流量采集大气样品 20L 时, 氯苯、一氯甲苯、二氯苯、三氯苯、四氯苯各组分的检出限为 0.015~0.025 mg/m^3 , 测定下限为 0.06~0.10 mg/m^3 ; 以 GDX-103 为吸附剂时, 氯苯、一氯甲苯、二氯苯、三氯苯、四氯苯各组分的检出限为 0.020~0.049 mg/m^3 , 测定下限为 0.08~0.20 mg/m^3 。

2.2 方法精密度测试数据汇总

以活性炭为吸附剂, 加标量为 0.10 mg/m^3 时, 氯苯类化合物精密度测试结果汇总见附表 9.1。

附表 9.1 加标量 0.10mg/m³ 氯苯类化合物精密度测试结果汇总

(活性炭为吸附剂)

单位: mg/m³

化合物	实验 室号	\bar{X}_i	S_i	RSD_i	\bar{X}	S'	RSD' (%)	重现性 限 r	再现性 限 R
氯苯	1	0.105	0.0040	3.9	0.104	0.0067	6.4	0.014	0.023
	2	0.094	0.0056	5.9					
	3	0.106	0.0075	7.0					
	4	0.106	0.0058	5.5					
	5	0.114	0.0040	3.5					
	6	0.100	0.0025	2.5					
2-氯甲苯	1	0.104	0.0040	3.9	0.103	0.0063	6.1	0.015	0.022
	2	0.096	0.0051	5.3					
	3	0.099	0.0086	8.7					
	4	0.106	0.0058	5.5					
	5	0.114	0.0043	3.8					
	6	0.101	0.0020	2.0					
3-氯甲苯	1	0.103	0.0040	4.1	0.103	0.0057	5.5	0.015	0.021
	2	0.094	0.0059	6.2					
	3	0.101	0.0069	6.8					
	4	0.106	0.0064	6.0					
	5	0.111	0.0042	3.8					
	6	0.101	0.0023	2.3					
4-氯甲苯	1	0.104	0.0040	4.2	0.104	0.0051	4.9	0.013	0.019
	2	0.098	0.0056	5.7					
	3	0.102	0.0056	5.5					
	4	0.103	0.0056	5.4					
	5	0.113	0.0049	4.3					
	6	0.101	0.0021	2.1					
1,3- 二氯苯	1	0.092	0.0040	4.1	0.099	0.0060	6.0	0.014	0.021
	2	0.098	0.0058	5.9					
	3	0.101	0.0063	6.2					
	4	0.097	0.0056	5.8					
	5	0.110	0.0043	3.9					
	6	0.098	0.0020	2.1					
1,4- 二氯苯	1	0.092	0.0040	4.1	0.099	0.0068	6.8	0.013	0.022
	2	0.094	0.0056	5.9					
	3	0.102	0.0047	4.6					
	4	0.098	0.0053	5.4					
	5	0.111	0.0045	4.0					
	6	0.098	0.0021	2.1					

续表

化合物	实验室号	\bar{X}_i	S_i	RSD_i	\bar{X}	S'	RSD' (%)	重现性 限 r	再现性 限 R
1,2- 二氯苯	1	0.089	0.0030	3.6	0.095	0.0063	6.7	0.013	0.022
	2	0.092	0.0052	5.6					
	3	0.090	0.0071	7.9					
	4	0.098	0.0052	5.3					
	5	0.106	0.0045	4.3					
	6	0.095	0.0019	2.0					
1,3,5- 三氯苯	1	0.090	0.0030	3.6	0.100	0.010	10.0	0.011	0.030
	2	0.095	0.0051	5.4					
	3	0.112	0.0033	2.9					
	4	0.094	0.0058	6.2					
	5	0.113	0.0037	3.3					
	6	0.095	0.0021	2.3					
1,2,4- 三氯苯	1	0.098	0.0040	3.7	0.095	0.0049	5.2	0.012	0.018
	2	0.090	0.0050	5.5					
	3	0.093	0.0053	5.8					
	4	0.092	0.0053	5.8					
	5	0.103	0.0036	3.5					
	6	0.092	0.0019	2.0					
1,2,5- 三氯苯	1	0.089	0.0030	3.8	0.089	0.0048	5.4	0.011	0.017
	2	0.087	0.0046	5.3					
	3	0.087	0.0057	6.6					
	4	0.086	0.0045	5.2					
	5	0.098	0.0034	3.4					
	6	0.085	0.0022	2.6					
1,2,3,5- 四氯苯	1	0.087	0.0040	4.0	0.084	0.0016	1.9	0.012	0.012
	2	0.085	0.0037	4.3					
	3	0.084	0.0066	7.8					
	4	0.083	0.0049	5.9					
	5	0.093	0.0023	2.5					
	6	0.083	0.0017	2.0					
1,2,4,5- 四氯苯	1	0.085	0.0040	4.2	0.085	0.0039	4.6	0.011	0.015
	2	0.084	0.0042	5.0					
	3	0.084	0.0052	6.3					
	4	0.081	0.0052	6.4					
	5	0.092	0.0041	4.5					
	6	0.082	0.0018	2.3					
1,2,3,4- 四氯苯	1	0.073	0.0030	3.5	0.075	0.0058	7.8	0.011	0.019
	2	0.072	0.0045	6.2					
	3	0.084	0.0066	7.8					
	4	0.070	0.0037	5.3					
	5	0.079	0.0021	2.7					
	6	0.069	0.0020	2.9					

以活性炭为吸附剂，加标量为 1.0mg/m³ 氯苯类化合物精密度测试结果汇总见附表 9.2。

附表 9.2 加标量 1.0mg/m³ 氯苯类化合物精密度测试结果汇总

(活性炭为吸附剂)

单位: mg/m³

化合物	实验室号	\bar{X}_i	S_i	RSD_i	\bar{X}	S'	RSD' (%)	重现性 限 r	再现性 限 R
氯苯	1	1.07	0.071	6.7	1.07	0.028	2.6	0.094	0.12
	2	1.02	0.018	1.8					
	3	1.08	0.018	1.6					
	4	1.06	0.018	1.7					
	5	1.10	0.012	1.1					
	6	1.09	0.024	2.2					
2-氯甲苯	1	1.08	0.071	6.6	1.07	0.034	3.2	0.091	0.13
	2	1.00	0.018	1.8					
	3	1.08	0.016	1.4					
	4	1.06	0.019	1.8					
	5	1.09	0.013	1.2					
	6	1.09	0.015	1.4					
3-氯甲苯	1	1.10	0.073	6.7	1.08	0.034	3.1	0.094	0.13
	2	1.02	0.015	1.5					
	3	1.10	0.016	1.5					
	4	1.07	0.020	1.9					
	5	1.11	0.015	1.3					
	6	1.10	0.016	1.4					
4-氯甲苯	1	1.08	0.071	6.6	1.07	0.033	3.0	0.20	0.21
	2	1.01	0.021	2.1					
	3	1.09	0.016	1.5					
	4	1.07	0.019	1.8					
	5	1.09	0.020	1.8					
	6	1.10	0.016	1.4					
1,3-二氯苯	1	1.10	0.061	5.5	1.06	0.046	4.4	0.080	0.15
	2	0.970	0.016	1.6					
	3	1.07	0.015	1.4					
	4	1.05	0.019	1.8					
	5	1.08	0.013	1.2					
	6	1.08	0.014	1.3					
1,4-二氯苯	1	1.07	0.074	6.9	1.05	0.042	4.0	0.095	0.15
	2	0.978	0.018	1.9					
	3	1.06	0.015	1.4					
	4	1.03	0.018	1.7					
	5	1.10	0.018	1.6					
	6	1.07	0.015	1.4					

续表

化合物	实验室号	\bar{X}_i	S_i	RSD_i	\bar{X}	S'	RSD' (%)	重现性 限 r	再现性 限 R
1,2- 二氯苯	1	1.04	0.089	8.6	1.02	0.032	3.1	0.11	0.13
	2	0.958	0.018	1.9					
	3	1.03	0.013	1.3					
	4	1.02	0.019	1.9					
	5	1.04	0.013	1.3					
	6	1.04	0.013	1.2					
1,3,5- 三氯苯	1	1.04	0.103	10.0	1.03	0.033	3.2	0.13	0.15
	2	0.964	0.021	2.2					
	3	1.04	0.016	1.5					
	4	1.02	0.020	2.0					
	5	1.05	0.014	1.4					
	6	1.05	0.013	1.2					
1,2,4- 三氯苯	1	0.987	0.057	5.8	0.969	0.032	3.3	0.076	0.11
	2	0.907	0.020	2.2					
	3	0.982	0.014	1.4					
	4	0.960	0.019	2.0					
	5	0.989	0.013	1.3					
	6	0.988	0.010	1.0					
1,2,5- 三氯苯	1	0.931	0.052	5.6	0.913	0.029	3.2	0.070	0.10
	2	0.858	0.020	2.3					
	3	0.924	0.012	1.3					
	4	0.903	0.017	1.9					
	5	0.933	0.013	1.4					
	6	0.930	0.009	1.0					
1,2,3,5- 四氯苯	1	0.907	0.045	4.9	0.856	0.062	7.2	0.065	0.18
	2	0.827	0.021	2.6					
	3	0.745	0.010	1.3					
	4	0.866	0.020	2.3					
	5	0.904	0.012	1.3					
	6	0.887	0.010	1.1					
1,2,4,5- 四氯苯	1	0.897	0.049	5.5	0.872	0.028	3.3	0.068	0.10
	2	0.821	0.020	2.5					
	3	0.877	0.012	1.3					
	4	0.861	0.020	2.3					
	5	0.896	0.012	1.4					
	6	0.882	0.010	1.1					
1,2,3,4- 四氯苯	1	0.775	0.035	4.5	0.749	0.025	3.3	0.053	0.084
	2	0.708	0.019	2.6					
	3	0.745	0.010	1.3					
	4	0.738	0.017	2.3					
	5	0.772	0.009	1.2					
	6	0.755	0.009	1.2					

以活性炭为吸附剂，加标量为 5.0mg/m³ 氯苯类化合物精密度测试结果汇总见附表 9.3。

附表 9.3 加标量 5.0mg/m³ 氯苯类化合物精密度测试结果汇总

(活性炭为吸附剂)

单位: mg/m³

化合物	实验室号	\bar{X}_i	S_i	RSD_i	\bar{X}	S'	RSD' (%)	重现性 限 r	再现性 限 R
氯苯	1	4.71	0.086	1.8	4.84	0.15	3.2	0.26	0.49
	2	4.64	0.17	3.6					
	3	4.79	0.095	2.0					
	4	4.91	0.052	1.1					
	5	5.03	0.032	0.64					
	6	4.97	0.024	0.48					
2-氯甲苯	1	4.73	0.077	1.6	4.78	0.20	4.2	0.29	0.63
	2	4.43	0.21	4.7					
	3	4.74	0.11	2.3					
	4	4.88	0.041	0.84					
	5	5.00	0.023	0.46					
	6	4.93	0.030	0.61					
3-氯甲苯	1	4.87	0.11	2.3	4.96	0.090	1.8	0.31	0.38
	2	5.02	0.20	4.0					
	3	4.84	0.10	2.1					
	4	4.96	0.051	1.0					
	5	5.07	0.072	1.4					
	6	5.01	0.040	0.80					
4-氯甲苯	1	4.75	0.071	1.5	4.80	0.31	6.5	0.24	0.90
	2	4.22	0.13	3.0					
	3	4.80	0.11	2.3					
	4	4.93	0.039	0.79					
	5	5.09	0.084	1.7					
	6	5.01	0.023	0.46					
1,3-二氯苯	1	4.77	0.071	1.5	4.70	0.33	7.1	0.21	0.95
	2	4.04	0.12	3.0					
	3	4.71	0.11	2.3					
	4	4.81	0.035	0.73					
	5	4.95	0.021	0.42					
	6	4.89	0.031	0.63					
1,4-二氯苯	1	4.81	0.096	2.0	4.70	0.45	9.7	0.22	1.29
	2	3.88	0.12	3.0					
	3	4.65	0.10	2.1					
	4	4.75	0.036	0.76					
	5	5.27	0.028	0.53					
	6	4.84	0.032	0.66					

续表

化合物	实验室号	\bar{X}_i	S_i	RSD_i	\bar{X}	S'	RSD' (%)	重现性 限 r	再现性 限 R
1,2- 二氯苯	1	4.64	0.075	1.6	4.55	0.33	7.4	0.29	0.97
	2	3.88	0.16	4.1					
	3	4.61	0.17	3.7					
	4	4.66	0.036	0.77					
	5	4.79	0.030	0.63					
	6	4.72	0.031	0.66					
1,3,5- 三氯苯	1	4.64	0.12	2.6	4.70	0.075	1.6	0.31	0.35
	2	4.70	0.18	3.9					
	3	4.63	0.15	3.2					
	4	4.65	0.027	0.58					
	5	4.83	0.023	0.48					
	6	4.72	0.037	0.78					
1,2,4- 三氯苯	1	4.34	0.059	1.4	4.32	0.21	4.8	0.22	0.61
	2	3.93	0.068	1.7					
	3	4.34	0.16	3.6					
	4	4.37	0.023	0.53					
	5	4.54	0.022	0.48					
	6	4.43	0.040	0.90					
1,2,5- 三氯苯	1	4.08	0.062	1.5	4.09	0.10	2.5	0.22	0.35
	2	3.94	0.11	2.8					
	3	4.06	0.14	3.4					
	4	4.09	0.023	0.56					
	5	4.25	0.021	0.49					
	6	4.14	0.038	0.92					
1,2,3,5- 四氯苯	1	3.95	0.079	2.0	3.70	0.41	11.1	0.18	1.17
	2	3.15	0.044	1.4					
	3	3.19	0.11	3.5					
	4	3.89	0.021	0.54					
	5	4.09	0.021	0.51					
	6	3.90	0.052	1.3					
1,2,4,5- 四氯苯	1	3.95	0.091	2.3	4.05	0.31	7.6	0.37	0.92
	2	4.65	0.27	5.7					
	3	3.83	0.14	3.7					
	4	3.88	0.022	0.57					
	5	4.08	0.028	0.69					
	6	3.90	0.056	1.4					
1,2,3,4- 四氯苯	1	3.30	0.11	3.3	3.30	0.087	2.6	0.29	0.36
	2	3.38	0.20	6.0					
	3	3.19	0.11	3.5					
	4	3.25	0.021	0.65					
	5	3.42	0.012	0.35					
	6	3.25	0.043	1.3					

以 GDX-103 为吸附剂，加标量为 0.10mg/m³ 氯苯类化合物精密度测试结果汇总见附表 9.4。

附表 9.4 加标量 0.10mg/m³ 氯苯类化合物精密度测试结果汇总

(GDX-103 为吸附剂)

单位: mg/m³

化合物	实验室号	\bar{X}_i	S_i	RSD_i	\bar{X}	S'	RSD' (%)	重现性 限 r	再现性 限 R
氯苯	1	0.098	0.0007	0.7	0.097	0.0020	2.0	0.007	0.008
	2	0.095	0.0007	0.8					
	3	0.100	0.0029	2.9					
	4	0.096	0.0021	2.1					
	5	0.095	0.0049	5.2					
	6	0.096	0.0010	1.0					
2-氯甲苯	1	0.098	0.0012	1.2	0.098	0.0027	2.8	0.010	0.012
	2	0.097	0.0021	2.1					
	3	0.102	0.0048	4.7					
	4	0.099	0.0041	4.2					
	5	0.094	0.0054	5.8					
	6	0.100	0.0026	2.7					
3-氯甲苯	1	0.102	0.0020	2.0	0.104	0.0026	2.5	0.012	0.013
	2	0.105	0.0015	1.4					
	3	0.108	0.0057	5.3					
	4	0.107	0.0046	4.3					
	5	0.102	0.0063	6.2					
	6	0.103	0.0028	2.7					
4-氯甲苯	1	0.102	0.0017	1.7	0.100	0.0034	3.4	0.010	0.013
	2	0.105	0.0019	1.8					
	3	0.102	0.0052	5.1					
	4	0.099	0.0042	4.2					
	5	0.095	0.0043	4.5					
	6	0.100	0.0027	2.7					
1,3-二氯苯	1	0.101	0.0009	0.9	0.103	0.0043	4.2	0.011	0.016
	2	0.100	0.0023	2.3					
	3	0.111	0.0048	4.4					
	4	0.102	0.0042	4.1					
	5	0.099	0.0058	5.9					
	6	0.103	0.0024	2.4					
1,4-二氯苯	1	0.104	0.0010	1.0	0.107	0.0048	4.5	0.012	0.017
	2	0.104	0.0036	3.4					
	3	0.116	0.0052	4.5					
	4	0.107	0.0051	4.8					
	5	0.103	0.0057	5.5					
	6	0.107	0.0025	2.3					

续表

化合物	实验室号	\bar{X}_i	S_i	RSD_i	\bar{X}	S'	RSD' (%)	重现性 限 r	再现性 限 R
1,2- 二氯苯	1	0.125	0.0021	1.7	0.102	0.012	11.8	0.014	0.036
	2	0.105	0.0068	6.5					
	3	0.100	0.052	5.2					
	4	0.099	0.0048	4.9					
	5	0.091	0.0055	6.0					
	6	0.094	0.0029	3.1					
1,3,5- 三氯苯	1	0.100	0.0012	1.2	0.098	0.004	4.2	0.012	0.016
	2	0.095	0.0033	3.5					
	3	0.105	0.0049	4.6					
	4	0.096	0.0057	5.9					
	5	0.094	0.0056	5.9					
	6	0.099	0.0016	1.6					
1,2,4- 三氯苯	1	0.101	0.0011	1.0	0.104	0.005	5.0	0.010	0.017
	2	0.099	0.0027	2.8					
	3	0.114	0.0043	3.7					
	4	0.104	0.0041	3.9					
	5	0.103	0.0055	5.3					
	6	0.105	0.0017	1.6					
1,2,3- 三氯苯	1	0.106	0.0006	0.5	0.105	0.0048	4.6	0.014	0.018
	2	0.102	0.0034	3.3					
	3	0.114	0.0058	5.1					
	4	0.102	0.0076	7.4					
	5	0.101	0.0060	5.9					
	6	0.105	0.0024	2.3					
1,2,3,5- 四氯苯	1	0.103	0.0014	1.4	0.102	0.0052	5.1	0.013	0.019
	2	0.096	0.0038	4.0					
	3	0.112	0.0054	4.8					
	4	0.102	0.0070	7.3					
	5	0.101	0.0055	5.3					
	6	0.101	0.0028	2.8					
1,2,4,5- 四氯苯	1	0.102	0.0022	2.1	0.100	0.0033	3.3	0.013	0.015
	2	0.096	0.0040	4.2					
	3	0.105	0.0055	5.2					
	4	0.098	0.0068	6.9					
	5	0.098	0.0055	5.6					
	6	0.101	0.0023	2.2					
1,2,3,4- 四氯苯	1	0.104	0.0021	2.0	0.104	0.0056	5.4	0.014	0.020
	2	0.101	0.0043	4.2					
	3	0.114	0.0047	4.1					
	4	0.098	0.0076	7.7					
	5	0.101	0.0057	5.7					
	6	0.106	0.0021	2.0					

以 GDX-103 为吸附剂，加标量为 0.50mg/m³ 氯苯类化合物精密度测试结果汇总见附表 9.5。

附表 9.5 加标量 0.50mg/m³ 氯苯类化合物精密度测试结果汇总

(GDX-103 为吸附剂)

单位: mg/m³

化合物	实验室号	\bar{X}_i	S_i	RSD_i	\bar{X}	S'	RSD' (%)	重现性 限 r	再现性 限 R
氯苯	1	0.508	0.0063	1.2	0.505	0.014	2.8	0.022	0.044
	2	0.484	0.0090	1.9					
	3	0.499	0.0062	1.2					
	4	0.500	0.0082	1.6					
	5	0.526	0.0110	2.1					
	6	0.512	0.0049	1.0					
2-氯甲苯	1	0.511	0.0055	1.1	0.506	0.012	2.4	0.032	0.044
	2	0.497	0.0105	2.1					
	3	0.491	0.0055	1.1					
	4	0.499	0.0145	2.9					
	5	0.520	0.0126	2.4					
	6	0.518	0.0150	2.9					
3-氯甲苯	1	0.524	0.0081	1.5	0.512	0.013	2.5	0.032	0.046
	2	0.499	0.0046	0.9					
	3	0.501	0.0117	2.3					
	4	0.505	0.0153	3.0					
	5	0.516	0.0144	2.8					
	6	0.530	0.0102	1.9					
4-氯甲苯	1	0.522	0.0081	1.6	0.515	0.012	2.3	0.033	0.044
	2	0.521	0.0080	1.5					
	3	0.502	0.0060	1.2					
	4	0.499	0.0140	2.8					
	5	0.526	0.0131	2.5					
	6	0.522	0.0171	3.3					
1,3-二氯苯	1	0.460	0.0087	1.9	0.510	0.028	5.5	0.033	0.084
	2	0.514	0.0090	1.8					
	3	0.510	0.0063	1.2					
	4	0.507	0.0153	3.0					
	5	0.540	0.0106	2.0					
	6	0.532	0.0164	3.1					
1,4-二氯苯	1	0.475	0.0079	1.7	0.518	0.025	4.8	0.036	0.076
	2	0.520	0.0068	1.3					
	3	0.516	0.0061	1.2					
	4	0.512	0.0183	3.6					
	5	0.546	0.0103	1.9					
	6	0.537	0.0196	3.7					

续表

化合物	实验室号	\bar{X}_i	S_i	RSD_i	\bar{X}	S'	RSD' (%)	重现性 限 r	再现性 限 R
1,2- 二氯苯	1	0.482	0.0089	1.8	0.507	0.017	3.4	0.032	0.057
	2	0.512	0.0086	1.7					
	3	0.495	0.0054	1.1					
	4	0.501	0.0152	3.0					
	5	0.526	0.0101	1.9					
	6	0.525	0.0167	3.2					
1,3,5- 三氯苯	1	0.438	0.0091	2.1	0.492	0.032	6.5	0.031	0.094
	2	0.527	0.0097	1.8					
	3	0.479	0.0046	1.0					
	4	0.485	0.0129	2.7					
	5	0.517	0.0102	2.0					
	6	0.505	0.0167	3.2					
1,2,4- 三氯苯	1	0.447	0.0091	2.0	0.511	0.034	6.6	0.041	0.102
	2	0.517	0.0085	1.6					
	3	0.512	0.0090	1.8					
	4	0.514	0.0200	3.9					
	5	0.543	0.0118	2.2					
	6	0.534	0.0221	4.1					
1,2,3- 三氯苯	1	0.471	0.0051	1.1	0.515	0.027	5.2	0.036	0.082
	2	0.523	0.0084	1.6					
	3	0.509	0.0060	1.2					
	4	0.505	0.0169	3.3					
	5	0.545	0.0113	2.1					
	6	0.538	0.0207	3.8					
1,2,3,5- 四氯苯	1	0.444	0.0097	2.2	0.520	0.040	7.8	0.042	0.120
	2	0.537	0.0096	1.8					
	3	0.519	0.0112	2.1					
	4	0.516	0.0202	3.9					
	5	0.556	0.0109	2.0					
	6	0.548	0.0228	4.2					
1,2,4,5- 四氯苯	1	0.493	0.0137	2.8	0.515	0.018	3.5	0.045	0.066
	2	0.525	0.0118	2.2					
	3	0.502	0.0111	2.2					
	4	0.502	0.0215	4.3					
	5	0.537	0.0121	2.2					
	6	0.531	0.0225	4.2					
1,2,3,4- 四氯苯	1	0.490	0.0101	2.1	0.530	0.026	4.9	0.042	0.083
	2	0.543	0.0120	2.2					
	3	0.519	0.0066	1.3					
	4	0.517	0.0180	3.5					
	5	0.559	0.0107	1.9					
	6	0.553	0.0244	4.4					

以 GDX-103 为吸附剂，加标量为 2.5mg/m³ 氯苯类化合物精密度测试结果汇总见附表 9.6。

附表 9.6 加标量 2.5mg/m³ 氯苯类化合物精密度测试结果汇总

(GDX-103 为吸附剂)

单位: mg/m³

化合物	实验室号	\bar{X}_i	S_i	RSD_i	\bar{X}	S'	RSD' (%)	重现性 限 r	再现性 限 R
氯苯	1	2.36	0.130	5.5	2.38	0.080	3.4	0.291	0.348
	2	2.30	0.114	4.9					
	3	2.31	0.091	3.9					
	4	2.40	0.092	3.8					
	5	2.52	0.115	4.5					
	6	2.40	0.070	2.9					
2-氯甲苯	1	2.52	0.086	3.4	2.46	0.078	3.2	0.258	0.321
	2	2.38	0.062	2.6					
	3	2.37	0.095	4.0					
	4	2.45	0.098	4.0					
	5	2.57	0.112	4.3					
	6	2.44	0.092	3.8					
3-氯甲苯	1	2.57	0.078	3.0	2.46	0.093	3.8	0.277	0.362
	2	2.33	0.062	2.6					
	3	2.40	0.098	4.1					
	4	2.46	0.092	3.7					
	5	2.56	0.144	5.6					
	6	2.44	0.099	4.1					
4-氯甲苯	1	2.55	0.084	3.3	2.46	0.062	2.5	0.278	0.307
	2	2.42	0.051	2.1					
	3	2.38	0.118	5.0					
	4	2.44	0.095	3.9					
	5	2.51	0.125	5.0					
	6	2.47	0.105	4.2					
1,3-二氯苯	1	2.27	0.108	4.8	2.42	0.117	4.8	0.286	0.418
	2	2.38	0.044	1.9					
	3	2.36	0.115	4.9					
	4	2.45	0.098	4.0					
	5	2.61	0.125	5.0					
	6	2.48	0.103	4.1					
1,4-二氯苯	1	2.34	0.109	4.7	2.44	0.100	4.0	0.285	0.380
	2	2.38	0.046	1.9					
	3	2.38	0.114	4.8					
	4	2.45	0.097	4.0					
	5	2.61	0.125	5.0					
	6	2.49	0.101	4.1					

续表

化合物	实验室号	\bar{X}_i	S_i	RSD_i	\bar{X}	S'	RSD' (%)	重现性 限 r	再现性 限 R
1,2- 二氯苯	1	2.37	0.082	3.4	2.45	0.077	3.2	0.294	0.345
	2	2.42	0.052	2.2					
	3	2.38	0.115	4.8					
	4	2.45	0.099	4.0					
	5	2.58	0.152	5.9					
	6	2.48	0.104	4.2					
1,3,5- 三氯苯	1	2.24	0.100	4.5	2.40	0.089	3.7	0.290	0.362
	2	2.40	0.034	1.4					
	3	2.40	0.111	4.6					
	4	2.46	0.103	4.2					
	5	2.50	0.145	5.8					
	6	2.39	0.095	4.0					
1,2,4- 三氯苯	1	2.31	0.112	4.8	2.44	0.104	4.2	0.302	0.400
	2	2.42	0.031	1.3					
	3	2.37	0.112	4.7					
	4	2.44	0.101	4.1					
	5	2.61	0.150	5.7					
	6	2.49	0.105	4.2					
1,2,3- 三氯苯	1	2.34	0.100	4.2	2.46	0.104	4.2	0.313	0.407
	2	2.42	0.035	1.5					
	3	2.38	0.124	5.2					
	4	2.45	0.105	4.3					
	5	2.63	0.162	6.2					
	6	2.51	0.105	4.2					
1,2,3,5- 四氯苯	1	2.34	0.132	5.7	2.49	0.116	4.7	0.341	0.450
	2	2.47	0.029	1.2					
	3	2.43	0.142	5.8					
	4	2.48	0.109	4.4					
	5	2.68	0.160	6.0					
	6	2.56	0.114	4.5					
1,2,4,5- 四氯苯	1	2.52	0.114	4.5	2.46	0.087	3.5	0.323	0.382
	2	2.40	0.031	1.3					
	3	2.35	0.134	5.7					
	4	2.42	0.107	4.4					
	5	2.59	0.156	6.0					
	6	2.47	0.110	4.5					
1,2,3,4- 四氯苯	1	2.46	0.092	3.7	2.53	0.083	3.3	0.325	0.376
	2	2.49	0.032	1.3					
	3	2.45	0.133	5.4					
	4	2.53	0.111	4.4					
	5	2.67	0.166	6.2					
	6	2.57	0.117	4.5					

结论：6家实验室分别对6组活性炭吸附管模拟采集的低浓度（ $0.10\text{mg}/\text{m}^3$ ）、中等浓度（ $1.0\text{mg}/\text{m}^3$ ）和高浓度（ $5.0\text{mg}/\text{m}^3$ ）废气样品进行了测试：实验室内相对标准偏差分别为2.0%~7.8%、1.0%~10.0%、0.35%~5.7%，实验室间相对标准偏差分别为1.9%~10.0%、2.6%~7.2%、1.6%~11.1%，重复性限分别为 $0.011\sim 0.015\text{mg}/\text{m}^3$ 、 $0.053\sim 0.20\text{mg}/\text{m}^3$ 、 $0.18\sim 0.37\text{mg}/\text{m}^3$ ，再现性限分别为 $0.012\sim 0.030\text{mg}/\text{m}^3$ 、 $0.084\sim 0.21\text{mg}/\text{m}^3$ 、 $0.36\sim 1.3\text{mg}/\text{m}^3$ 。

6家实验室分别对6组GDX-103吸附管模拟采集的低浓度（ $0.10\text{mg}/\text{m}^3$ ）、中等浓度（ $1.0\text{mg}/\text{m}^3$ ）和高浓度（ $5.0\text{mg}/\text{m}^3$ ）废气样品进行了测试：实验室内相对标准偏差分别为0.5%~7.7%、0.9%~4.4%、1.2%~6.2%，实验室间相对标准偏差分别为2.0%~11.8%、2.3%~7.8%、2.5%~4.8%，重复性限分别为 $0.007\sim 0.014\text{mg}/\text{m}^3$ 、 $0.022\sim 0.045\text{mg}/\text{m}^3$ 、 $0.26\sim 0.34\text{mg}/\text{m}^3$ ，再现性限分别为 $0.015\sim 0.084\text{mg}/\text{m}^3$ 、 $0.044\sim 0.12\text{mg}/\text{m}^3$ 、 $0.31\sim 0.45\text{mg}/\text{m}^3$ 。

2.3 方法准确度测试数据汇总

附表 10.1 方法准确度测试数据汇总（活性炭为吸附剂）

化合物名称	样品类型	加标量 (mg/m ³)	验证实验室测定加标回收率 $P_i\%$						$\bar{P}\%$	$S_{\bar{P}}$	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$
			实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6			
氯苯	环境空气	0.10	105	94.5	106	106	108	102	104	4.9	104±9.8
	无组织废气	1.00	107	102	108	106	108	112	107	3.2	107±6.4
	污染源废气	5.00	94.2	92.9	95.8	98.2	102	99.4	97.1	3.4	97.1±6.8
2-氯甲苯	环境空气	0.10	104	96.1	98.5	106	109	102	103	4.8	103±9.6
	无组织废气	1.00	108	100	108	106	110	112	107	4.1	104±8.2
	污染源废气	5.00	94.7	88.6	94.8	97.5	102	98.5	96.0	4.5	96.0±9.0
3-氯甲苯	环境空气	0.10	102	94.4	101	106	105	103	102	4.1	102±8.2
	无组织废气	1.00	110	101	110	107	110	113	108	4.1	108±8.2
	污染源废气	5.00	97.4	100	96.8	99.3	103	100	99.4	2.2	99.4±4.4
4-氯甲苯	环境空气	0.10	104	98.2	102	103	107	103	103	2.9	106±5.8
	无组织废气	1.00	108	101	109	107	110	113	108	4.0	108±8.0
	污染源废气	5.00	94.9	84.3	96.0	98.5	103	100	96.1	6.5	96.1±13.0
1,3-二氯苯	环境空气	0.10	92.5	98.9	101	97.2	107	99.5	99.4	4.8	99.4±9.6
	无组织废气	1.00	110	97.0	107	105	109	110	106	5.0	106±10.0
	污染源废气	5.00	95.4	80.8	94.2	96.3	100	97.6	94.0	6.8	94.0±13.4
1,4-二氯苯	环境空气	0.10	92.3	94.2	102	98.1	106	99.8	98.7	5.0	98.7±10.0
	无组织废气	1.00	107	97.8	106	103	110	109	105	4.5	105±9.0
	污染源废气	5.00	96.2	77.5	93.5	95.0	106	96.5	94.1	9.3	94.1±12.6
1,2-二氯苯	环境空气	0.10	89.3	91.8	91.0	98.2	107	97.2	95.8	6.6	95.8±13.2
	无组织废气	1.00	104	95.8	103	102	107	107	103	4.1	103±8.2
	污染源废气	5.00	92.8	77.7	92.2	93.2	97.1	94.2	91.2	6.8	91.2±13.4
1,3,5-三氯苯	环境空气	0.10	89.7	94.6	112	93.5	108	96.6	99.1	8.8	99.1±17.6
	无组织废气	1.00	104	96.4	104	102	108	107	104	4.1	104±8.2
	污染源废气	5.00	92.8	94.0	92.5	93.0	98.0	94.4	94.1	2.0	94.1±4.0
1,2,4-三氯苯	环境空气	0.10	98.3	89.7	92.8	92.6	106	93.3	95.4	5.9	95.4±11.8
	无组织废气	1.00	98.7	90.7	98.2	96.0	101	101	97.6	3.9	97.6±7.8
	污染源废气	5.00	86.9	78.7	86.9	87.4	91.8	88.5	86.7	4.3	86.7±8.6
1,2,3-三氯苯	环境空气	0.10	88.8	86.6	86.8	85.7	100	86.4	89.0	5.5	89.0±11.0
	无组织废气	1.00	93.1	85.8	92.4	90.3	95.4	95.1	92.0	3.6	92.0±7.2
	污染源废气	5.00	81.6	78.9	81.3	81.7	86.1	82.7	82.0	2.4	82.0±4.8
1,2,3,5-四氯苯	环境空气	0.10	86.8	84.7	84.8	83.0	88.5	84.0	85.3	2.0	85.3±4.0
	无组织废气	1.00	90.7	82.7	74.5	86.6	92.1	90.6	86.2	6.7	86.2±13.4
	污染源废气	5.00	79.1	63.0	63.7	77.8	82.5	78.0	74.0	8.4	74.0±16.8
1,2,4,5-四氯苯	环境空气	0.10	85.3	83.7	83.7	80.8	96.8	83.1	85.6	5.7	85.6±11.4
	无组织废气	1.00	89.7	82.1	87.7	86.1	92.0	90.2	88.0	3.5	88.0±7.0
	污染源废气	5.00	78.9	93.1	76.5	77.5	82.4	78.0	81.1	6.2	81.1±12.4
1,2,3,4-四氯苯	环境空气	0.10	73.0	72.4	84.8	69.7	81.5	71.1	75.4	6.2	75.4±12.4
	无组织废气	1.00	77.5	70.8	74.5	73.8	78.5	77.1	75.4	2.9	75.4±5.8
	污染源废气	5.00	66.0	67.7	63.7	64.9	69.2	65.0	66.1	2.0	66.1±4.0

附表 10.2 方法准确度测试数据汇总 (GDX-103 为吸附剂)

化合物名称	样品类型	加标量 (mg/m ³)	验证实验室测定加标回收率 Pi%						$\bar{P}\%$	$S_{\bar{P}}$	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$
			实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6			
氯苯	环境空气	0.10	104	95.4	100	96.0	94.7	96.4	97.8	3.6	97.8±7.2
	无组织废气	0.50	102	97.3	99.1	100	105	102	101	2.7	101±5.4
	污染源废气	2.50	94.4	91.8	92.5	96.0	101	96.1	95.3	3.3	95.3±6.6
2-氯甲苯	环境空气	0.10	110	97.0	102	99.0	94.0	99.6	100	5.5	100±11.0
	无组织废气	0.50	102	99.6	98.6	99.9	104	104	101	2.3	101±4.6
	污染源废气	2.50	101	95.0	94.8	98.1	103	97.7	98.3	3.2	98.3±6.4
3-氯甲苯	环境空气	0.10	110	104	108	107	101	103	106	3.4	106±6.8
	无组织废气	0.50	105	99.8	99.3	101	103	106	102	2.8	102±5.6
	污染源废气	2.50	103	93.0	96.0	98.5	102	97.4	98.3	3.7	98.3±7.4
4-氯甲苯	环境空气	0.10	109	105	102	98.8	95.1	99.5	102	4.9	102±9.8
	无组织废气	0.50	105	104	101	99.7	105	104	103	4.4	103±8.8
	污染源废气	2.50	102	96.1	95.4	97.7	100	98.8	98.3	2.5	98.3±5.0
1,3-二氯苯	环境空气	0.10	90.0	100	111	102	99.0	103	101	6.8	99.4±13.4
	无组织废气	0.50	92.3	103	102	101	108	106	102	5.4	106±10.8
	污染源废气	2.50	90.9	95.0	94.5	98.0	105	99.2	97.1	4.8	97.1±9.6
1,4-二氯苯	环境空气	0.10	107	104	116	107	103	107	107	4.6	107±9.2
	无组织废气	0.50	95.1	104	103	102	109	107	103	4.8	103±9.6
	污染源废气	2.50	93.6	95.0	95.2	98.1	104	99.6	97.6	3.8	97.6±7.6
1,2-二氯苯	环境空气	0.10	102	105	100	99.2	90.9	94.4	98.6	5.1	98.6±10.2
	无组织废气	0.50	96.3	102	99.2	100	106	105	101	3.7	101±7.4
	污染源废气	2.50	94.9	96.8	95.0	98.0	103	99.1	97.8	3.0	97.8±6.0
1,3,5-三氯苯	环境空气	0.10	101	95.2	105	96.2	94.2	99.0	98.4	4.1	98.4±8.2
	无组织废气	0.50	87.1	105	96.0	96.9	104	101	98.3	6.6	98.3±13.2
	污染源废气	2.50	89.7	95.7	95.9	98.4	100	95.5	95.9	3.5	95.9±7.0
1,2,4-三氯苯	环境空气	0.10	93.8	98.5	114	104	103	105	103	6.8	103±13.6
	无组织废气	0.50	89.6	103	102	103	109	107	102	6.8	102±13.6
	污染源废气	2.50	92.5	96.6	94.8	97.6	104	99.8	97.6	4.0	97.6±8.0
1,2,3-三氯苯	环境空气	0.10	95.9	102	114	102	101	105	103	6.0	103±12.0
	无组织废气	0.50	93.9	104	102	101	109	107	103	5.3	103±10.6
	污染源废气	2.50	93.8	96.3	95.4	98.2	105	100	98.1	4.0	98.1±8.0
1,2,3,5-四氯苯	环境空气	0.10	112	95.8	112	102	101	101	104	6.6	104±13.2
	无组织废气	0.50	89.2	107	104	103	112	109	104	8.0	104±16.0
	污染源废气	2.50	93.4	98.4	97.2	99.2	107	102	99.5	4.6	99.5±9.2
1,2,4,5-四氯苯	环境空气	0.10	101	96.5	105	97.9	98.0	101	99.9	3.1	99.9±6.2
	无组织废气	0.50	98.4	104	100	100	108	106	103	3.8	103±7.6
	污染源废气	2.50	89.9	95.8	94.2	96.9	104	98.9	96.6	4.7	96.6±9.4
1,2,3,4-四氯苯	环境空气	0.10	115	101	114	98.2	101	106	106	7.2	106±14.4
	无组织废气	0.50	98.0	108	104	103	112	110	106	5.2	106±10.4
	污染源废气	2.50	98.4	99.1	97.9	101	107	103	101	3.5	101±7.0

结论：6家实验室对活性炭模拟采集无组织排放监控点空气、污染源废气类型各6组样品分别加标0.10mg/m³、1.0mg/m³、5.0mg/m³，经采样、预处理和分析过程，13种氯苯类化合物的平均加标回收率为：氯苯94.5%~112%，2-氯甲苯88.6%~112%，3-氯甲苯94.4%~113%，4-氯甲苯84.3%~113%，1,3-二氯苯80.8%~110%，1,4-二氯苯77.5%~110%，1,2-二氯苯77.7%~107%，1,3,5-三氯苯89.7%~108%，1,2,4-三氯苯78.7%~101%，1,2,3-三氯苯78.9%~95.4%，1,2,3,5-四氯苯63.0%~92.1%，1,2,4,5-四氯苯76.5%~96.8%，1,2,3,4-四氯苯63.7%~81.5%。

6家实验室对GDX-103模拟采集的无组织排放监控点空气、污染源废气类型各6组样品分别加标0.10mg/m³、0.50mg/m³、2.50mg/m³，经采样、预处理和分析过程，13种氯苯类化合物的平均加标回收率为：氯苯91.8%~105%，2-氯甲苯94.8%~110%，3-氯甲苯93.0%~110%，4-氯甲苯95.1%~109%，1,3-二氯苯90.0%~111%，1,4-二氯苯93.6%~116%，1,2-二氯苯90.9%~106%，1,3,5-三氯苯87.1%~105%，1,2,4-三氯苯89.6%~114%，1,2,3-三氯苯93.8%~114%，1,2,3,5-四氯苯89.2%~112%，1,2,4,5-四氯苯89.9%~108%，1,2,3,4-四氯苯97.9%~115%。

2.4 实际样品加标测试数据汇总

以活性炭采集的浙江上虞某化工厂固定污染源含氯苯类化合物废气样品解吸液基体加标试验，测定结果见附表11。

附表11 实际样品基体加标试验测定数据汇总（活性炭为吸附剂）

化合物名称	加标量 (mg/m ³)	验证实验室测定加标回收率 Pi%						$\bar{P}\%$	$S_{\bar{P}}$	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$
		实验 室 1	实验 室 2	实验 室 3	实验 室 4	实验 室 5	实验 室 6			
氯苯	0.50	98.3	106	99.6	104	106	102	103	3.2	103±6.4
2-氯甲苯	0.50	99.1	111	99.4	104	106	101	103	4.6	103±9.2
3-氯甲苯	0.50	100	110	99.2	104	105	101	103	4.0	103±8.0
4-氯甲苯	0.50	98.4	110	99.6	104	106	102	103	4.3	103±8.6
1,3-二氯苯	0.50	101	107	99.6	103	106	101	103	3.0	103±6.0
1,4-二氯苯	0.50	100	111	99.8	103	106	96.0	103	5.3	103±10.6
1,2-二氯苯	0.50	102	106	100	105	106	102	104	2.5	104±5.0
1,3,5-三氯苯	0.50	101	109	99.6	102	106	101	103	3.6	103±7.2
1,2,4-三氯苯	0.50	99.9	111	99.4	102	106	101	103	4.5	103±9.0
1,2,3-三氯苯	0.50	99.9	112	99.2	102	105	101	103	4.8	103±9.6
1,2,3,5-四氯苯	0.50	101	114	98.0	101	106	101	104	5.8	104±11.6
1,2,4,5-四氯苯	0.50	101	113	98.4	101	105	102	103	5.2	103±10.2
1,2,3,4-四氯苯	0.50	101	117	98.0	101	105	101	104	6.8	104±13.6

结论：6家实验室对以活性炭采集的固定污染源含氯苯类化合物废气样品解吸液基体加标试验，氯苯类化合物各组分的回收率在98.0~117%。

3 方法验证结论

3.1 验证过程中异常值的解释、更正或删除的情况及理由

异常值的检验和处理按照 GB/T 6379 标准进行进行，在统计分析时未发现异常值。

3.2 方法检出限和测定下限

当以活性炭为吸附剂、0.5L/min 流量采集大气样品 20L 时，氯苯、一氯甲苯、二氯苯、三氯苯、四氯苯各组分的检出限为 0.02~0.03 mg/m³，测定下限为 0.08~0.2mg/m³，选取 6 家实验室验证结果的最大值作为方法检出限 0.03 mg/m³、测定下限 0.2 mg/m³；以 GDX-103 为吸附剂时，氯苯、一氯甲苯、二氯苯、三氯苯、四氯苯各组分的检出限为 0.02~0.05 mg/m³，测定下限为 0.08~0.2 mg/m³，即方法检出限为 0.05 mg/m³、测定下限为 0.2 mg/m³。

3.3 方法精密度

6 家实验室分别对 6 组活性炭吸附管模拟采集的低浓度（0.10mg/m³）、中等浓度（1.0mg/m³）和高浓度（5.0mg/m³）废气样品进行了测试：实验室内相对标准偏差分别为 2.0%~7.8%、1.0%~10.0%、0.35%~5.7%，实验室间相对标准偏差分别为 1.9%~10.0%、2.6%~7.2%、1.6%~11.1%，重复性限分别为 0.011~0.015mg/m³、0.053~0.20mg/m³、0.18~0.37mg/m³，再现性限分别为 0.012~0.030mg/m³、0.084~0.21mg/m³、0.36~1.3mg/m³。

6 家实验室分别对 6 组 GDX-103 吸附管模拟采集的低浓度（0.10mg/m³）、中等浓度（1.0mg/m³）和高浓度（5.0mg/m³）废气样品进行了测试：实验室内相对标准偏差分别为 0.5%~7.7%、0.9%~4.4%、1.2%~6.2%，实验室间相对标准偏差分别为 2.0%~11.8%、2.3%~7.8%、2.5%~4.8%，重复性限分别为 0.007~0.014mg/m³、0.022~0.045mg/m³、0.26~0.34mg/m³，再现性限分别为 0.015~0.084mg/m³、0.044~0.12mg/m³、0.31~0.45 mg/m³。

3.4 方法准确度

6 家实验室对活性炭模拟采集的无组织排放监控点空气、污染源废气类型各 6 组样品分别加标 0.10mg/m³、1.0mg/m³、5.0mg/m³，经采样、预处理和分析过程，13 种氯苯类化合物的平均加标回收率为：氯苯 94.5%~112%，2-氯甲苯 88.6%~112%，3-氯甲苯 94.4%~113%，4-氯甲苯 84.3%~113%，1,3-二氯苯 80.8%~110%，1,4-二氯苯 77.5%~110%，1,2-二氯苯 77.7%~107%，1,3,5-三氯苯 89.7%~108%，1,2,4-三氯苯 78.7%~101%，1,2,3-三氯苯 78.9%~95.4%，1,2,3,5-四氯苯 63.0%~92.1%，1,2,4,5-四氯苯 76.5%~96.8%，1,2,3,4-四氯苯 63.7%~81.5%。

6 家实验室对 GDX-103 模拟采集的无组织排放监控点空气、污染源废气类型各 6 组样品分别加标 0.10mg/m³、0.50mg/m³、2.50mg/m³，经采样、预处理和分析过程，13 种氯苯类化合物的平均加标回收率为：

氯苯 91.8%~105%，2-氯甲苯 94.8%~110%，3-氯甲苯 93.0%~110%，4-氯甲苯 95.1%~109%，1,3-二氯苯 90.0%~111%，1,4-二氯苯 93.6%~116%，1,2-二氯苯 90.9%~106%，1,3,5-三氯苯 87.1%~105%，1,2,4-三氯苯 89.6%~114%，1,2,3-三氯苯 93.8%~114%，1,2,3,5-四氯苯 89.2%~112%，1,2,4,5-四氯苯 89.9%~108%，1,2,3,4-四氯苯 97.9%~115%。

3.5 实际样品加标回收率

6家实验室对以活性炭采集的固定污染源含氯苯类化合物废气样品解吸液基体加标试验，氯苯类化合物各组分的回收率在 98.0~117%。

从方法验证结果可以看出，本标准所涉及的目标化合物中检出限活性炭为吸附剂时最大值为 0.03 mg/m³，GDX-103 为吸附剂时最大值为 0.05 mg/m³，目前《大气污染物综合排放标准》（GB 16297-1996）中涉及的氯苯类化合物的控制标准：污染源最高允许排放浓度为 60mg/m³，无组织排放监控浓度限值 0.40 mg/m³。所以本标准方法的检出限、重复性限和再现性限、准确度等均满足国家标准制定相关质量控制要求。