

附件 9

《固体废物 热灼减率的测定 重量法
(征求意见稿)》
编制说明

《固体废物 热灼减率的测定 重量法》

标准编制组

二〇一八年七月

项目名称：固体废物 热灼减率的测定 重量法

项目统一编号：2016-28

承担单位：哈尔滨市环境监测中心站

编制组主要成员：王晓燕、赵淑芳、颜焱、赵淑敏、张佳雨、石野、
王宇新

标准所技术管理负责人：朱静

监测司项目负责人：李江

目 录

1	项目背景.....	1
1.1	任务来源.....	1
1.2	工作过程.....	1
2	标准制修订的必要性分析.....	2
2.1	热灼减率测定的意义.....	2
2.2	相关环保标准和环保工作的需要.....	2
2.3	现行环境监测分析方法标准的实施情况和存在问题.....	3
3	国内外相关分析方法研究.....	3
3.1	国内热灼减率测定的主要依据.....	3
3.2	主要国家、地区及国际组织相关分析方法研究.....	4
3.3	与本标准的关系.....	5
4	标准制订的基本原则和技术路线.....	5
4.1	标准制订的基本原则.....	5
4.2	标准制订的技术路线.....	6
5	方法研究报告.....	7
5.1	方法研究的目标.....	7
5.2	方法原理.....	8
5.3	仪器和设备.....	8
5.4	样品的采集与处理.....	8
5.5	分析步骤.....	8
5.6	方法性能指标.....	13
6	方法验证.....	15
6.1	方法验证方案.....	15
6.2	方法验证过程.....	15
7	与开题报告的差异说明.....	16

8 参考文献.....	16
附一 方法验证报告.....	18

《固体废物 热灼减率的测定 重量法》 编制说明

1 项目背景

1.1 任务来源

为适应国家环境保护工作的需要，完善国家环境保护标准体系，2016年，原环境保护部发布了《关于开展2016年度国家环境保护标准项目实施工作的通知》（环办函〔2016〕633号），下达了《固体废物 热灼减率的测定 重量法》标准制修订项目，项目统一编号为：2016-28。项目承担单位为哈尔滨市环境监测中心站。

1.2 工作过程

1.2.1 成立标准编制组

2016年1月，哈尔滨市环境监测中心站接到原环境保护部下发的标准制修订任务以后，立即成立了标准编制组。

1.2.2 查询国内外相关标准和文献资料

在2016年2月至6月期间，根据《国家环保标准制修订工作管理办法》的相关规定，了解国内外固体废物热灼减率相应的测定方法，检索、查询和收集了中国学术期刊网络出版总库、中国重要会议论文全文数据库，检索了国际标准化组织、美国等国内外相关标准和文献资料，认真研究国内外相关的标准方法，确立标准制修订的指导思想，明确标准制修订存在的主要问题和关键技术难点，结合我国环境监测的实际制定了标准制修订的技术路线，制定了实验方案，并形成了开题报告和标准草案。

1.2.3 召开开题论证会

2017年3月3日，由原国家环境保护部环境标准研究所组织召开了《固体废物 热灼减率的测定 重量法》的开题论证会。论证委员会通过了该标准的开题论证，并提出了具体修改意见和建议：进一步细化样品的制备方法、样品粒径、灼烧温度范围等研究内容；增加危险废物样品制备的安全要求；样品制备方法及其结果表示应充分考虑与《生活垃圾焚烧污染控制标准》（GB 18485-2014）、《危险废物焚烧污染控制标准》（GB 18484-2001）、《医疗废物焚烧炉技术要求（试行）》（GB 19218-2003）等相关国家环境保护标准的衔接。会后，标准编制组依据专家组的意见对开题报告进行了修改和完善。

1.2.4 实验室内研究工作和组织6家实验室进行方法验证

2017年4月至2018年3月，标准编制组依据开题论证会意见和建议，完善了标准制定的技术路线，制定了合理的实验方案，开展了大量的实验工作。同时，编制组编制了方法验证方案，并按照专家意见对方法验证方案进行了完善，并组织6家有资质的实验室进行了方

法验证，于2018年3月收回了全部验证报告。2018年4月上旬，进行了数据的汇总和分析工作，并编写完成了《固体废物 热灼减率的测定 重量法》方法验证报告。

1.2.5 编写征求意见稿和编制说明

2018年4月，标准编制组在标准草案基础上，按照《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》(HJ 168-2010)等相关要求，编写标准征求意见稿和编制说明。4月下旬，请专家对征求意见稿和编制说明进行了函审，并根据专家意见进行了修善。

1.2.6 召开征求意见稿技术审查会

2018年5月25日，由国家生态环境部环境标准研究所组织召开了《固体废物 热灼减率的测定 重量法》的征求意见稿技术审查会。专家组建议在标准文本中删除检出限及测定下限内容，并适当放宽质量控制指标要求，进一步简化测定步骤。会后，编制组依据专家组的意见对标准征求意见稿及编制说明进行了修改完善。

2 标准制修订的必要性分析

2.1 热灼减率测定的意义

热灼减率(loss on ignition)是指焚烧残余物经灼烧减少的质量占原焚烧残余物质量的百分数。热灼减率是焚烧炉技术性能指标之一，它是判定固体废物燃烧是否稳定、燃烧是否完全、焚烧炉运行是否正常的依据。热灼减率不但能反映固体废物焚烧的机械未燃烧损失、推算固体废物焚烧的完成状况，定期测定热灼减率还可以检验焚烧炉的异常和老化程度。

在固体废物焚烧处理中，热灼减率的控制是非常重要的，在实现焚烧残余物的资源化、减量化、减容化、无害化方面起到至关重要的作用。固体废物焚烧残余物热灼减率是固体废物焚烧单位生产运营和行业执法部门实施监督依据的重要参数，是实现安全生产、节能减排、绿色环保的重要保证。

2.2 相关环保标准和环保工作的需要

固体废物焚烧处置能以最快的速度实现固体废物处理的无害化、减量化和资源化，目前被广泛采用。热灼减率是焚烧炉的技术性能指标之一，也是固体废物污染控制、建设项目竣工验收的重要指标。

目前，国内焚烧残余物热灼减率的相关标准和技术导则只是在焚烧炉性能指标要求中简要提及热灼减率，没有制定该项目的标准监测方法，因而在实际监测过程中，由于不同单位或人员采样、制样及分析过程的方法不一致，使得结果存有较大差异，不利于同行业内统一要求，也不利于监管部门进行监管。

在《生活垃圾焚烧污染控制标准》(GB 18485-2014)中条款9.4规定：生活垃圾焚烧厂运行企业对烟气中重金属类污染物和焚烧炉渣热灼减率的监测应每月至少开展1次；条款9.5规定：环境保护行政主管部门应采用随机方式对生活垃圾焚烧厂进行日常监督性监测，对焚烧炉渣热灼减率与烟气中颗粒物、二氧化硫、氮氧化物、氯化氢、重金属类污染物和一

氧化碳的监测应每季度至少开展1次。

因此，为完善和健全我国的环境质量监测方法体系，需要建立有效、统一的监测方法，作为标准方法。我国相关标准中热灼减率的具体标准限值见表 1。

表 1 我国相关标准中涉及热灼减率的标准限值

标准名称	标准编号	限值 (%)
《生活垃圾焚烧污染控制标准》	GB18485-2014	≤5
《危险废物焚烧污染控制标准》	GB18484-2001	<5
《医疗废物焚烧炉技术要求（试行）》	GB19218-2003	<5
《生活垃圾焚烧处理工程技术规范》	CJJ90-2009	<5
《生活垃圾焚烧技术导则》	RISN-TG009-2010	≤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

标准编制组经过系统的调研、实际测定的比对研究，对目前监测方法的现状与定位认识如下：（1）目前涉及固体废物热灼减率的标准未规定采样参照标准；（2）目前涉及固体废物热灼减率的标准没有统一的制样方法；（3）目前涉及固体废物热灼减率的标准未规定试样量；（4）未对分析过程进行规范。

3 国内外相关分析方法研究

3.1 国内相关分析方法研究

目前国内没有固体废物热灼减率测定方法的相关标准，按《工业固体废物采样制样技术规范》(HJ/T 20)采样制样，测定主要参考《生活垃圾焚烧污染控制标准》(GB18485-2014)，其给出了焚烧炉渣和热灼减率的定义以及计算公式，标注干燥温度 110℃，干燥时间 2h，焚烧炉渣热灼减率灼烧温度为 600℃±25℃，灼烧时间 3h。《危险废物焚烧污染控制标准》及《医疗废物焚烧炉技术要求（试行）》标注焚烧炉渣热灼减率灼烧温度为 600℃±25℃，灼烧时间 3h。但是，均未在样品预处理、分析步骤和结果表示等方面作出明确规定。

国内其他有关热灼减率测定的标准中，如《森林土壤烧失量的测定》(GB 7876-1987)中规定，称取预先烘干的样品 1.0000-2.0000g，从低温开始灼烧至 950℃，保持 1h，恒重不超过 0.5mg；《磷精矿和磷矿石中灼烧失量》(GB/T 1875- 1995)规定，称取 1g 过 125μm 筛的试样，于 105℃~110℃干燥 2h，从低温逐渐升温至 950℃，灼烧 30min。

国内有关固体废物热灼减率的论文和文献相对较少，青岛市环境卫生科研所的《生活垃圾焚烧炉渣热灼减率检测方法研究》中，生活垃圾焚烧炉渣热灼减率测试所采用的样品烘干温度为 105℃±5℃，时间 2h。经破碎、研磨、筛分和混合后，称取试样，在灼烧温度 600℃±25℃下，灼烧 3h。文章建议在实际应用中选取 20g 作为测定试样量，筛分粒径为 1mm。计算结果保留两位小数。中国光大国际有限公司的《生活垃圾焚烧炉渣综合利用管理标准》，附录规定生活垃圾焚烧炉渣热灼减率的测定，炉渣样品经粉碎、筛分、混合、缩分，于 105℃±5℃烘干 2h，称取样品 10g，600℃±25℃灼烧 3h。

表 2 我国相关标准及文献中涉及热灼减率的测定方法汇总表

标准名称	标准编号	主要技术内容
《生活垃圾焚烧污染控制标准》	GB 18485-2014	样品于 110℃干燥 2h, 600℃±25℃灼烧 3h。
《危险废物焚烧污染控制标准》	GB 18484-2001	样品灼烧温度为 600℃±25,灼烧时间 3h。
《医疗废物焚烧炉技术要求(试行)》	GB 19218-2003	样品灼烧温度为 600℃±25,灼烧时间 3h。
《生活垃圾焚烧处理工程技术规范》	CJJ 90-2009	样品灼烧温度为 600℃±25,灼烧时间 3h。
《生活垃圾焚烧炉渣热灼减率检测方法研究》	青岛市环境卫生科研所	样品烘干温度为 105℃±5℃, 时间 2h。经破碎、研磨、筛分和混合后, 称取试样, 在灼烧温度 600℃±25℃下灼烧 3h。建议在实际应用中选取 20g 作为测定试样量, 筛分粒径为 1mm。计算结果保留两位小数。
《生活垃圾焚烧炉渣综合利用管理标准》	中国光大国际有限公司	附录规定生活垃圾焚烧炉渣热灼减率的测定, 称取过 20 目(0.841mm)筛的样品 10g, 于 105℃±5℃加热 2h, 600℃±25℃灼烧 3h。
《森林土壤烧失量的测定》	GB 7876-1987	称取预先烘干的样品 1.0000-2.0000g, 从低温开始灼烧至 950℃, 保持 1h, 恒重不超过 0.5mg。
《磷精矿和磷矿石中灼烧失量》	GB/T 1875- 1995	称取过 125 μm 筛的试样 1g, 于 105℃-110℃干燥 2h, 从低温逐渐升温至 950℃, 灼烧 30min。
《硅质耐火材料灼烧减量》	GB/T 6901-2008	称取过 0.09 mm 筛的试样 1g, 105℃-110℃干燥 2h, 1050℃±50℃灼烧至少 1h, 结果保留两位小数; 若<0.1%,两位有效数字。
《煤灰成分分析方法》	GB/T 1574-2007	称取 15-18g 试样, 105℃-110℃恒重, 815℃±10℃灼烧 2h, 恒重允许差 ≤1%。

3.2 国外相关分析方法研究

焚烧炉渣热灼减率的测定方法研究主要集中在日本、美国及欧洲。日本的《焚烧试验法》规定了固体焚烧炉渣热灼减率测定的方法, 采样 5~10kg, 通过 1mm 筛, 得试样量 20~30g, 105℃±5℃干燥 2h, 600℃±25℃灼烧 3h; 美国的《固体焚烧炉渣热灼减率的标准测定方法》(D 7348-08) 规定样品通过 250μm 筛, 得试样量大于 1g, 104℃~110℃加热至恒重, 750℃灼烧 2h 后至恒重, 恒重≤0.05%, 结果保留一位小数; 欧洲的《市政焚烧炉渣集料热灼减率测定》(EN 1744-7) 规定, 采样不少于 5kg, 110℃±5℃加热至恒重, 混合、粉碎、缩分至 400g, 过 4mm 筛, 取试样量 50~100g 两份, 480℃±25℃灼烧 4h, 恒重≤0.1%, 结果以两次测定结果的平均值表示, 保留一位小数, 并需符合精密度检查原则。目前, 这些标准作为国外固体废物热灼减率的测定方法被广泛应用。

其他材料热灼减率的测定方法中, 美国的《强化增强树脂热灼减率测定标准方法》(D

2584-11) 规定, 试样量 5g, 于 565℃±28℃灼烧至恒重, 结果以三次测量平均值表示。美国的《玻璃纤维织物热灼减率测试标准方法》(D 4963/D 4963M-11) 规定, 试样量大于 6g, 105℃±2℃加热至恒重, 625℃±25℃灼烧 0.5h。具体内容详见表 3。

表 3 国外热灼减率测定相关标准方法汇总表

标准编号	标准名称	主要技术内容
日本	焚烧试验法	采样 5~10kg, 通过 1mm 筛, 得试样量 20~30g, 105℃±5℃恒重 2 h, 600℃±25℃灼烧 3 h。
BS EN 1744-7: 2012 欧洲	Tests for chemical properties of aggregates Part 7: Determination of loss of ignition of Municipal Incinerator Bottom Ash Aggregate (MIBA Aggregate) 《市政焚烧炉渣集料热灼减率测定》	采样不少于 5kg, 110℃±5℃加热至恒重, 混合、粉碎、缩分至 400g, 过 4mm 筛, 取试样量 50~100g 两份, 480℃±25℃灼烧 4h, 恒重≤0.1%, 结果以两次测定结果的平均值表示, 保留一位小数, 并需符合精密度检查原则。
D 7348-08 美国	Standard Test Methods for Loss on Ignition (LOI) of Solid Combustion Residue 《固体焚烧炉渣热灼减率的标准测定方法》	样品通过 250μm 筛, 取试样量大于 1g, 104℃~110℃加热至恒重, 750℃灼烧 2h 后至恒重。恒重≤0.05%, 结果保留一位小数。
D 4963/D 4963M-11 美国	Standard Test Method for Ignition Loss of Glass Fiber Strands and Fabrics 《玻璃纤维织物热灼减率测试标准方法》	取试样量大于 6g, 105℃±2℃加热至恒重, 625℃±25℃灼烧 0.5h。
D 2584-11 美国	Standard Test Method for Ignition Loss of Cured Reinforced Resins 《强化增强树脂热灼减率测定标准方法》	取试样 5g, 于 565℃±28℃灼烧至恒重, 结果以三次测量平均值表示。

3.3 与本标准的关系

本标准在已有国内污染控制标准《生活垃圾焚烧污染控制标准》(GB 18485-2014)、《危险废物焚烧污染控制标准》(GB 18484-2001) 及《医疗废物焚烧炉技术要求(试行)》(GB 19218-2003) 热灼减率相关概念及计算公式的基础上, 结合日本、欧洲、美国的固体焚烧炉渣热灼减率相关标准和国内文献, 确定技术路线, 确定采样及样品预处理、优化试样量、优化筛分粒径, 在具体实验步骤和结果表示方面, 更加接近国际方法。

4 标准制订的基本原则和技术路线

4.1 标准制订的基本原则

(1) 方法满足相关环保标准和环保工作的要求。目前涉及固体废物热灼减率的相关环保标准和标准限值有:《生活垃圾焚烧污染控制标准》(GB 18485-2014) 规定热灼减率≤5%;《危险废物焚烧污染控制标准》(GB 18484-20014) 规定热灼减率<5%;《医疗废物焚烧炉技术要求(试行)》(GB 19218-20034) 规定热灼减率<5%, 本标准方法完全可以满足国内

相关环保标准和环保工作的要求。

(2) 方法准确可靠，满足各项方法特性指标的要求。六家实验室分别对9个实际样品进行精密度测定，各项指标达到预期要求。

(3) 方法具有普遍适用性，易于推广使用。目前本方法使用的仪器设备在全国范围内的地市级环境监测部门、高校、科研院所等非常普遍，操作简单易于掌握，该标准分析方法在全国范围内具备良好的适用性和推广性。

4.2 标准制订的技术路线

标准制订技术路线图见图1。

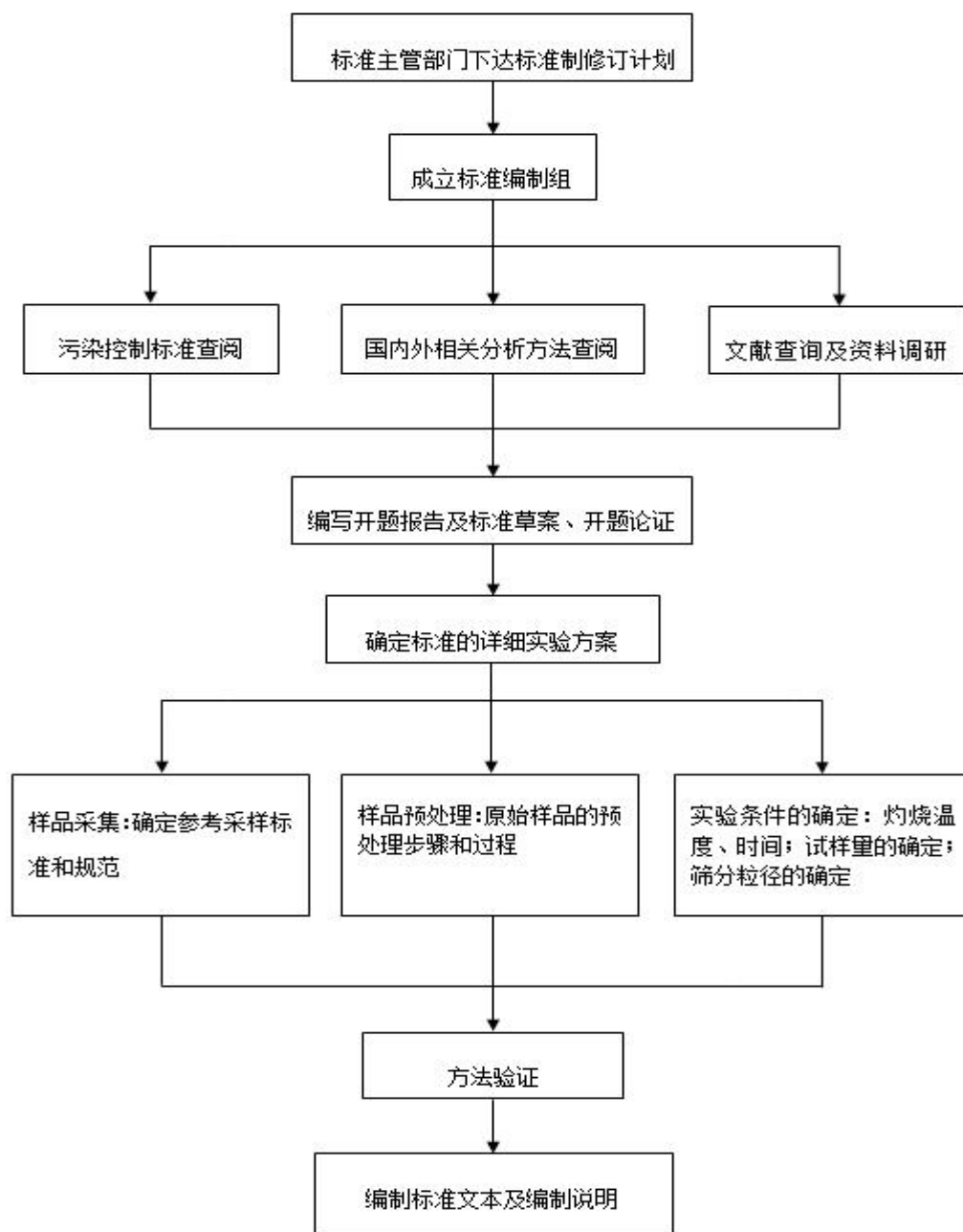


图 1 标准技术路线图

5 方法研究报告

5.1 方法研究的目标

(1) 本标准所规定的固体废物热灼减率，适用《中华人民共和国固体废物污染环境防治法》第 88 条所规定的生活垃圾、医疗废物、危险废物等焚烧残余物的热灼减率的测定。

(2) 通过本标准的制订，规范统一监测方法，并使监测方法满足《生活垃圾焚烧污染控制标准》(GB 18485-2014)、《危险废物焚烧污染控制标准》(GB 18484-2001)、《医疗废

物焚烧炉技术要求（试行）》（GB 19218-2003）等控制标准中热灼减率的测定要求。

5.2 方法原理

固体废物焚烧残余物样品经干燥至恒重后，于 $600^{\circ}\text{C}\pm 25^{\circ}\text{C}$ 灼烧 3 h 至恒重，以灼烧前后质量差值计算热灼减率，用质量百分数表示。

5.3 仪器和设备

5.3.1 电热干燥箱：温度可控制在 $110^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$ ，或其他干燥设备。

5.3.2 马弗炉：温度可控制在 $600^{\circ}\text{C}\pm 25^{\circ}\text{C}$ 。

5.3.3 分析天平：感量为 0.001g。

5.3.4 瓷坩埚：容积为 50ml，具盖。

5.3.5 干燥器。

5.3.6 坩埚钳。

5.3.7 研磨器。

5.3.8 筛：1 mm。

5.3.9 一般实验室常用仪器和设备。

5.4 样品的采样与试样的制备

按照《工业固体废物采样制样技术规范》（HJ/T 20）、《危险废物鉴别技术规范》（HJ/T 298）及《工业用化学产品采样安全通则》（GB/T 3723）采集有代表性的固体废物样品。在制备固体废物热灼减率分析试样时，剔除样品中的石块、金属等不能焚毁的异物，将样品破碎、研磨至全部通过孔径 1mm 的筛，混匀后装入磨口瓶中于常温保存待测。

5.5 分析步骤

5.5.1 固体废物热灼减率的灼烧温度及时间的确定

依据《生活垃圾污染控制方法》（GB 18485-2014）、《危险废物焚烧污染物控制标准》（GB 18484-2011）、《医疗废物焚烧炉技术要求（试行）》（GB 19218-2003）等标准中条款提及要求，并参考日本《焚烧试验法》中的规定，确定灼烧温度为 $600^{\circ}\text{C}\pm 25^{\circ}\text{C}$ ，灼烧时间为 3 h。

5.5.2 固体废物热灼减率的试样量的确定

在灼烧温度为 $600^{\circ}\text{C}\pm 25^{\circ}\text{C}$ 、灼烧时间为 3 h、试样粒径为 1mm 的实验条件下，对 3 种类型的 4 批样品进行 5 个不同取样量的 10 次测定，取样量分别为 10g，20g，30g，40g 和 50g，测定结果见图 2、图 3、图 4、图 5。

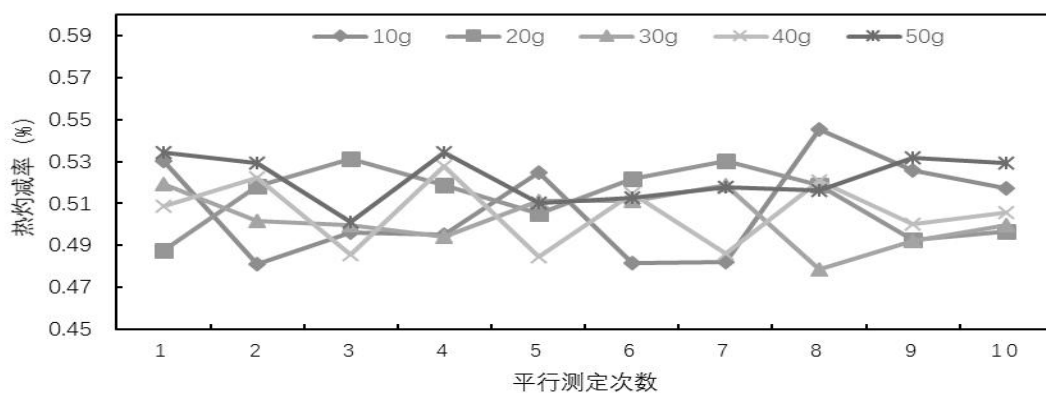


图 2 生活垃圾焚烧炉渣 1 在不同取样量时的热灼减率

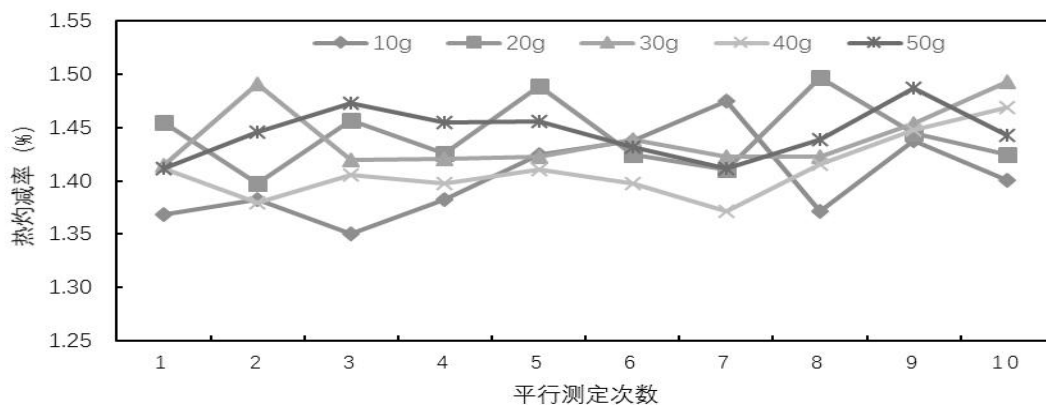


图 3 生活垃圾焚烧炉渣 2 在不同取样量时的热灼减率

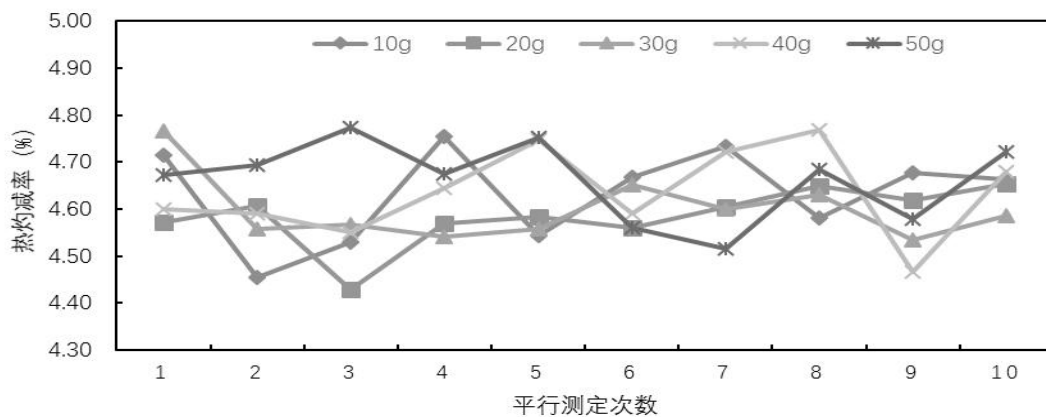


图 4 医疗废物焚烧炉渣 1 在不同取样量时的热灼减率

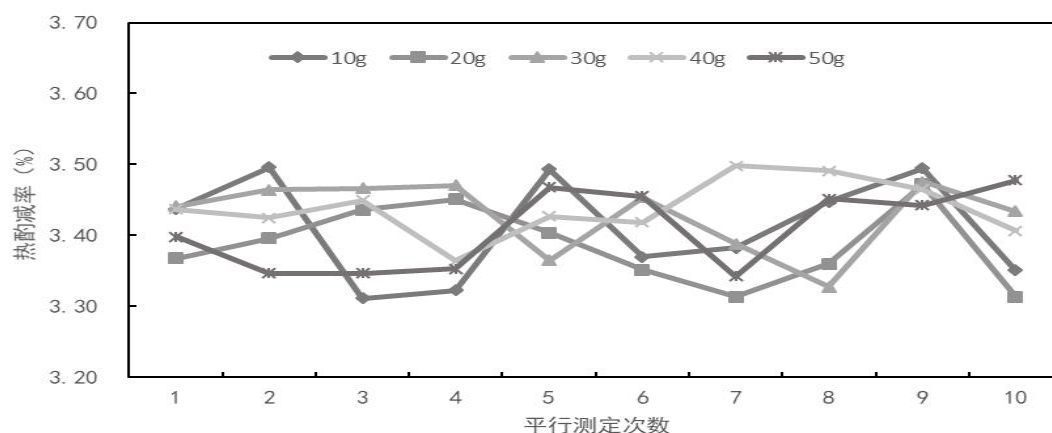


图 5 危险废物焚烧炉渣 1 在不同取样量时的热灼减率

对 4 批样品的实验结果的均值及相对标准偏差进行汇总整理，见表 4。

表 4 试样在不同取样量时的相关参数

试样名称	取样量 (g)	测定均值 (%)	标准偏差	相对标准偏差 (%)
生活垃圾炉渣 1	10	0.51	0.0235	4.6
	20	0.51	0.0156	3.0
	30	0.50	0.0128	2.5
	40	0.51	0.0161	3.2
	50	0.52	0.0116	2.2
生活垃圾炉渣 2	10	1.40	0.0390	2.8
	20	1.44	0.0326	2.3
	30	1.44	0.0296	2.1
	40	1.41	0.0294	2.1
	50	1.45	0.0241	1.7
医疗垃圾炉渣 1	10	4.63	0.0991	2.1
	20	4.58	0.0636	1.4
	30	4.60	0.0698	1.5
	40	4.64	0.0952	2.1
	50	4.66	0.0848	1.8
危险废物炉渣 1	10	3.41	0.0722	2.1
	20	3.39	0.0551	1.6
	30	3.43	0.0510	1.5
	40	3.44	0.0400	1.2
	50	3.41	0.0566	1.7

由汇总结果可以看出，不同取样量的均值变化不大，其相对标准偏差随着试样中热灼减率的数值变大而减小。其中取样量为 10g 时，数据的整体离散度较大。其余 4 个梯度变

化不明显。但考虑到实验可操作性及大体积样品的不确定性，并兼顾其他标准的采样量，确定 20g 的取样量。

5.5.3 固体废物热灼减率的筛分粒径的确定

在灼烧温度为 $600^{\circ}\text{C}\pm 25^{\circ}\text{C}$ 、灼烧时间为 3 h、取样量为 20g 的实验条件下，对 4 批样品进行 1mm、0.5mm、0.25mm 不同粒径的 10 次测定，测定结果见图 6、图 7、图 8、图 9。

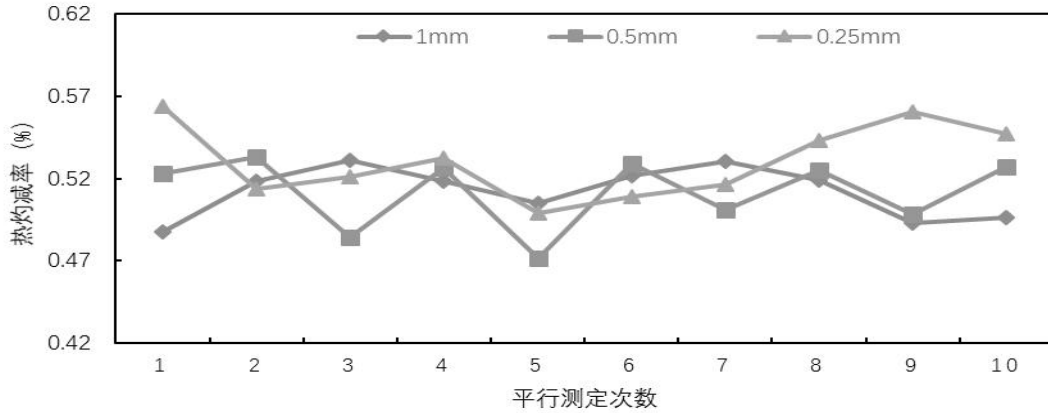


图 6 生活垃圾焚烧炉渣 1 在不同筛分粒径时的热灼减率

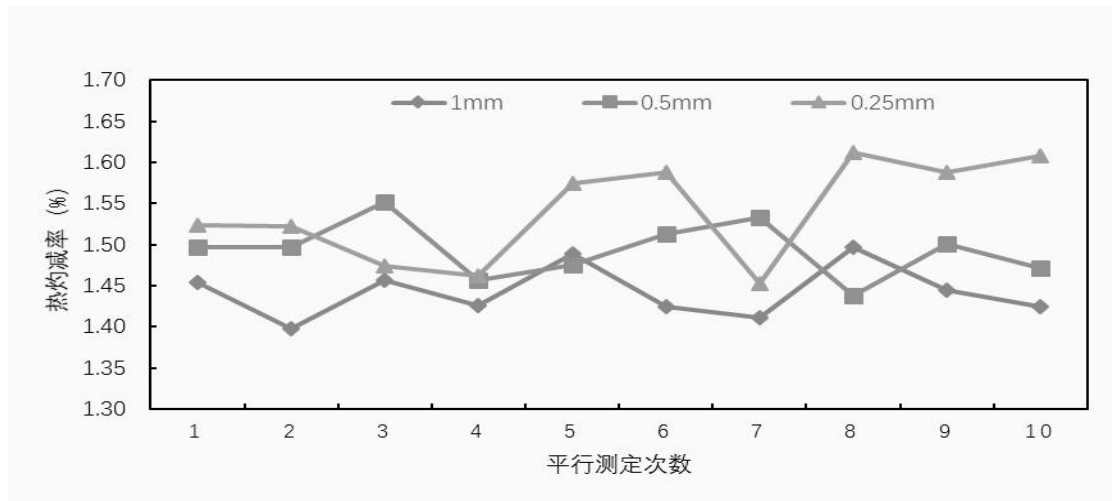


图 7 生活垃圾焚烧炉渣 2 在不同筛分粒径时的热灼减率

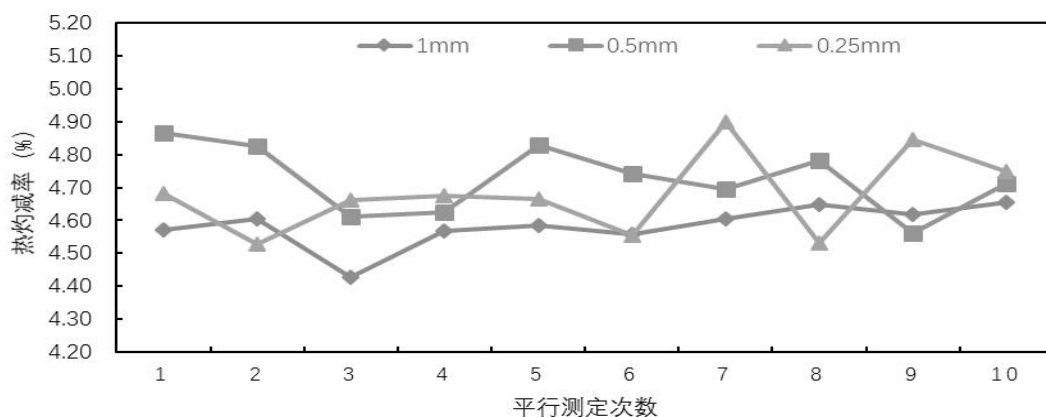


图 8 医疗废物焚烧炉渣 1 在不同筛分粒径时的热灼减率

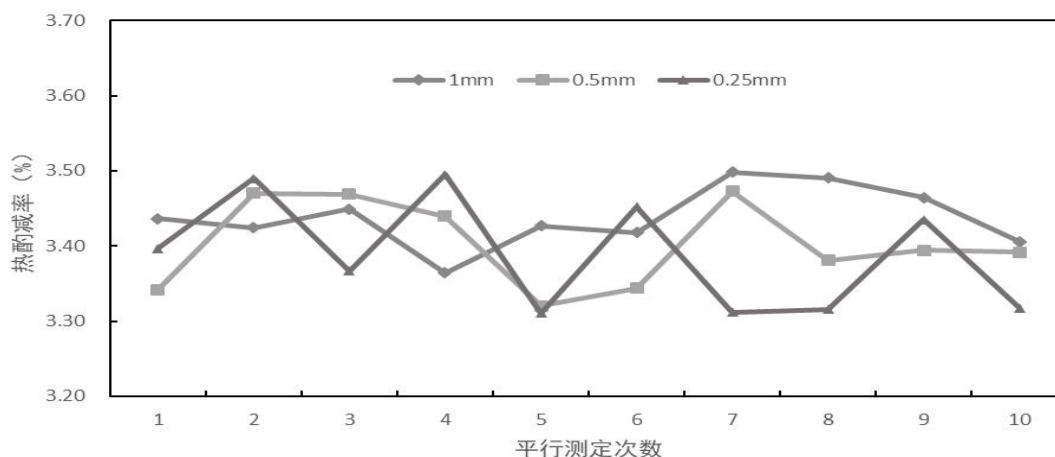


图 9 危险废物焚烧炉渣 1 在不同筛分粒径时的热灼减率

对 4 批样品的实验结果的均值及相对标准偏差进行汇总整理，见表 5。

表 5 试样在不同筛分粒径时的相关参数

试样名称	粒径 (mm)	测定均值 (%)	标准偏差	相对标准偏差 (%)
生活垃圾 残余物 1	1	0.51	0.0156	3.0
	0.5	0.51	0.0215	4.2
	0.25	0.53	0.0223	4.2
生活垃圾 残余物 2	1	1.44	0.0326	2.3
	0.5	1.49	0.0346	2.3
	0.25	1.54	0.0618	4.0
医疗垃圾 残余物 1	1	4.58	0.0636	1.4
	0.5	4.73	0.1025	2.2

	0.25	4.68	0.1257	2.7
危险废物 残余物 1	1	3.44	0.0400	1.2
	0.5	3.40	0.0577	1.7
	0.25	3.39	0.0752	2.2

通过制样观察，样品粒度较大，不利于试样的均一性和稳定性。由汇总 10 次测量的结果可以看出，试样的粒度较小，同一试样随粒径的减小而呈现相对标准偏差变大的趋势，同一试样测定均值随粒径的减小而增加。经过 1mm 筛的样品粒度适中，比较均匀，稳定性好，确定 1mm 粒径的试样较为合理。

5.5.4 固体废物热灼减率重量法的测定步骤

5.5.4.1 称取 20 g（精确至 0.001 g）试样平铺于事先在 600℃±25℃ 下灼烧至恒重的瓷坩埚中，半盖坩埚盖，将瓷坩埚置于电热干燥箱中，于 110℃±5℃ 下干燥 2 h，取出后移入干燥器冷却至室温，称重。重复上述步骤进行检查性烘干，每次加热 30min，直至恒重，记录干燥后试样质量。

5.5.4.2 将烘干试样平铺于恒重的瓷坩埚中，将坩埚盖好后放入马弗炉中，温度升至 600℃±25℃ 灼烧 3 h，停止加热后，稍冷，用坩埚钳将坩埚取出置于干燥器中，冷却至室温，称重。重复上述步骤进行检查性灼烧，每次灼烧 30 min，直至恒重，记录灼烧后试样质量。

注：恒重是指连续两次称量之差不大于 0.001 g。

5.6 结果计算与表示

5.6.1 结果计算

按照公式（1）进行计算：

$$P = (m_A - m_B) / m_A \times 100\% \quad (1)$$

式中：P—热灼减率，%；

m_A —焚烧残余物经干燥至恒重的试样的质量，g；

m_B —焚烧残余物经灼烧至恒重的试样的质量，g。

5.6.2 结果表示

计算结果最多保留三位有效数字；结果小于 1% 时，保留至小数点后 1 位。

5.7 质量保证和质量控制

同批次抽取 10% 的样品做平行样，样品数少于 10 个时，至少做一份样品的平行样，测定结果的相对偏差不大于 20%。

5.8 方法性能指标

5.8.1 检出限和测定下限

(1) 方法检出限的确定方法

根据HJ 168的规定，连续分析7个固体废物焚烧残余物样品，计算其标准偏差 S_i ， $t(6,0.99)=3.143$ ，方法检出限 $MDL=3.143 \times S_i$ ，测定下限为检出限的4倍。

(2) 实验室内方法检出限的测定结果

制备生活垃圾焚烧残余物样品，进行7次平行测定，方法检出限见表6。

表6 检出限、测定下限测试数据表

平行样品编号	试样	三次测定结果相对偏差(%)
测定结果 (%)	1	0.33
	2	0.35
	3	0.29
	4	0.32
	5	0.30
	6	0.32
	7	0.28
平均值 \bar{x}_i (%)	0.31	
标准偏差 S_i (%)	0.024	
t 值	3.143	
检出限(%)	0.08	
测定下限(%)	0.32	

5.8.2 方法精密度

对3种生活垃圾、3种医疗垃圾和3种危险废物9个固体废物焚烧残余物样品进行精密度测定。按照固体废物热灼减率样品分析的全部步骤，平行测定6组数据，计算其相对标准偏差。实验室精密度数据见表7。

表7 方法精密度测试数据

平行号	样1	样2	样3	样4	样5	样6	样7	样8	样9	
测定结果 (%)	1	0.84	1.02	0.85	0.89	1.34	1.28	1.39	1.20	1.29
	相对偏差	2.9	3.4	4.9	4.8	4.7	2.1	2.6	3.9	4.5
	2	0.79	0.99	0.88	0.95	1.38	1.30	1.29	1.18	1.28
	相对偏差	4.7	5.0	3.4	2.7	3.0	3.1	4.5	4.9	4.1
	3	0.86	0.98	0.91	0.94	1.36	1.32	1.31	1.19	1.21
	相对偏差	4.6	5.0	3.8	3.2	4.9	5.0	4.2	2.3	2.7
	4	0.80	0.98	0.93	0.87	1.34	1.27	1.28	1.22	1.27
	相对偏差	4.4	4.9	5.0	4.1	3.5	3.2	1.9	4.9	5.0
	5	0.82	0.95	0.99	0.89	1.40	1.23	1.29	1.29	1.26
	相对偏差	3.8	1.2	4.9	5.0	4.1	4.7	4.9	5.0	4.2
	6	0.78	0.96	0.90	0.92	1.37	1.24	1.28	1.24	1.33
	相对偏差	1.2	3.8	2.5	4.8	5.0	4.2	3.3	1.8	1.2

平均值 \bar{x}_i (%)	0.82	0.98	0.91	0.91	1.37	1.27	1.31	1.22	1.27
标准偏差 S_i (%)	0.031	0.024	0.048	0.032	0.023	0.034	0.042	0.040	0.039
相对标准偏差 RSD_i (%)	3.8	2.5	5.2	3.5	1.7	2.7	3.2	3.3	3.1

实验室精密度满足要求。

6 方法验证

6.1 方法验证方案

6.1.1 参与方法验证单位及验证人员情况

本方法验证单位通过筛选确定，参与方法验证的实验室有国家分析测试中心、北京市环境保护监测中心、天津市环境监测中心、杭州市环境监测中心站、长春市环境监测中心站、黑龙江省环境监测中心站，以上实验室在领域和水平上有代表性，分析人员均具有中等级以上操作水平和实验室经验，实验设备符合方法要求。

6.1.2 方法验证方案

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

6.2 方法验证过程

6.2.1 方法验证过程

筛选有资质的验证单位，向验证单位提供方法验证草案、方法验证作业指导书、标准草案、固体废物焚烧炉渣样品和验证报告格式。召集参加验证全体人员会议，将方法原理、操作步骤、流程及注意事项进行了详细讲解，验证单位按照方法草案准备实验用品，在规定时间内完成验证实验并编制了方法验证报告及反馈了验证过程中的问题和解决办法等内容。

6.2.2 方法验证结论

(1) 检出限、检测下限

取 6 家实验室方法检出限最大值为本方法的检出限，即：当取样量为 20g 时，检出限为 0.14%，测定下限为 0.56%。

(2) 精密度

6家实验室分别对3种生活垃圾、3种医疗垃圾和3种危险废物9个实际样品进行精密度测定。9个实际样品的实验室内相对标准偏差分别为：2.2%~3.8%、1.7%~6.3%、4.7%~11%、

1.8%~8.7%、2.1%~7.1%、2.5%~4.7%、0.26%~2.0%、3.1%~13%和2.0%~6.3%；实验室间相对标准偏差为：7.7%、12%、6.8%、11%、9.0%、12%、5.2%、11%和8.3%；重复性限 r 为：0.08%、0.12%、0.28%、0.16%、0.15%、0.14%、0.12%、0.26%和0.15%；再现性限 R 分别为：0.23%、0.34%、0.32%、0.35%、0.41%、0.48%、0.50%、0.45%和0.35%。以上各项指标达到预期要求。

7 与开题报告的差异说明

2017年3月3日在北京召开开题论证会上，与会专家提出：进一步细化样品的制备方法、样品粒径、灼烧温度范围等研究内容；增加危险废物样品制备的安全要求；样品制备方法及其结果表示应充分考虑与《生活垃圾焚烧污染控制标准》GB 18485-2014、《危险废物焚烧污染控制标准》GB 18484-2001、《医疗废物焚烧炉技术要求（试行）》GB 19218-2003等相关国家环境保护标准的衔接。

8 参考文献

- [1] GB18485-2014,《生活垃圾焚烧污染控制标准》[S].
- [2] GB18484-2001,《危险废物焚烧污染控制标准》[S].
- [3] GB19218-2003,《医疗废物焚烧炉技术要求（试行）》[S].
- [4] CJJ90-2009,《生活垃圾焚烧处理工程技术规范》[S].
- [5] RISN-TG009-2010,《生活垃圾焚烧技术导则》[S].
- [6] GB 7876-87,《森林土壤烧失量的测定》[S].
- [7] GB/T 1875- 1995,《磷精矿和磷矿石中灼烧失量》[S].
- [8] GB/T 6901-2008,《硅质耐火材料灼烧减量》[S].
- [9] GB/T 1574-2007,《煤灰成分分析方法》[S].
- [10] BS EN 1744-7: 2012,Tests for chemical properties of aggregates Part 7: Determination of loss of ignition of Municipal Incinerator Bottom Ash Aggregate (MIBA Aggregate)(《市政焚烧炉渣集料热灼减率测定》[S].
- [11] D 7348-08, Standard Test Methods for Loss on Ignition (LOI) of Solid Combustion Residue 《固体焚烧炉渣热灼减率的标准测定方法》[S].
- [12] D 4963/D 4963M-11, Standard Test Method for Ignition Loss of Glass Fiber Strands and Fabrics 《玻璃纤维织物热灼减率测试标准方法》[S].
- [13] D 2584-11, Standard Test Method for Ignition Loss of Cured Reinforced Resins 《强化增强

树脂热灼减率测定标准方法》[S].

[14] GB-T 3723-1999 工业用化学产品采样安全通则 [S].

附一

方法验证报告

方法名称：固体废物 热灼减率的测定 重量法

项目主编单位：哈尔滨市环境监测中心站

项目负责人及职称：王晓燕 高级工程师

通讯地址：哈尔滨市道里区建国街 68 号

电话：0451-55587119

报告编写人及职称：颜焱 高级工程师

报告日期：2018 年 04 月 14 日

按照《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》(HJ 168-2010)的规定,组织6家有资质的实验室进行验证。参加验证的实验室包括:(1)国家环境分析测试中心(2)北京市环境保护监测中心(3)天津市环境监测中心(4)杭州市环境监测中心站(5)长春市环境监测中心站(6)黑龙江省环境监测中心站。

1 原始测试数据

1.1 实验室基本情况

表 1-1-1 参加验证人员登记表

编号	单位	姓名	性别	年龄	职务或职称	所学专业	参加分析工 作用年份
1	国家环境分析测试中心	于跃	男	30	工程师	生物技术	7
2	北京市环境保护监测中心	陆皓昀	男	32	工程师	生物工程	10
3	天津市环境监测中心	赵莉	女	35	工程师	环境科学	8
		赵修青	女	28	助理工程师	化学工程	3
		郭玉敏	女	53	高级工程师	分析化学	30
4	杭州市环境监测中心站	曾珍	女	25	助工	环境监测	4
		叶依颖	女	25	助工	环境监测	4
5	长春市环境监测中心站	高宁宁	女	34	助理工程师	分析化学	7
6	黑龙江省环境监测中心站	贾立明	男	37	高级工程师	应用化学	13
		魏庆彬	男	34	工程师	无机化学	10

表 1-1-2 仪器使用情况登记表

验证实验室	仪器名称	规格型号	性能状况
国家环境分析测试中心	马弗炉	BT62700	正常
	天枰	梅特勒 AE240	正常
	烘箱	yamatoDKN612C	正常
北京市环境保护监测中心	马弗炉	KSMF-2000	正常
	电热鼓风干燥箱	DHG-9070A	正常
	AB104	1115210712	正常
天津市环境监测中心	马弗炉	FP510C	正常
	天平	BSA124S	正常
	电热鼓风干燥箱	DHG-9070A	正常
杭州市环境监测中心站	马弗炉	Sx-4-10	正常
	数显鼓风干燥箱	G2X-9076MBE	正常
	电子天平	梅特勒 AG204	正常
长春市环境监测中心站	马弗炉	Nabertherm	正常
	天枰	梅特勒 XS105DU	正常
	烘箱	FCD20	正常
黑龙江省环境监测中心站	电热鼓风干燥箱	DHG-9240	正常
	马弗炉	SX-5-12	正常
	电子天平	FA1104N	正常

1.2 方法检出限、测定下限测试数据

以编制组寄送的统一固体废物焚烧残余物实际样品进行检出限测定。

表 1-2-1 方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位： 国家环境分析测试中心

测试日期：2018 年 3 月 4 日

平行号		试样	三次测定结果相对偏差%
测定 结果 (%)	1	0.44	2.9
	2	0.47	3.5
	3	0.45	4.2
	4	0.44	5.0
	5	0.47	3.5
	6	0.45	2.1
	7	0.38	1.9
平均值 \bar{x}_i (%)		0.44	
标准偏差 S_i (%)		0.030	
t 值		3.143	
检出限(%)		0.10	
测定下限(%)		0.38	
注： i 为实验室编号。			

表 1-2-2 方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位：北京市环境保护监测中心

测试日期：2018 年 3 月 4 日

平行号		试样	三次测定结果相对偏差%
测定 结果 (%)	1	0.32	3.9
	2	0.34	4.2
	3	0.28	4.9
	4	0.31	5.0
	5	0.32	2.7
	6	0.34	4.4
	7	0.4	4.1
平均值 \bar{x}_i (%)		0.33	
标准偏差 S_i (%)		0.037	
t 值		3.143	
检出限(%)		0.12	
测定下限(%)		0.46	
注： i 为实验室编号			

表 1-2-3 方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位：杭州环境监测中心站

测试日期：2018 年 3 月 10 日

平行号		试样	三次测定结果相对偏差%
测定 结果 (%)	1	0.38	4.9
	2	0.34	4.2
	3	0.36	1.0
	4	0.37	3.4
	5	0.48	3.3
	6	0.39	3.7
	7	0.40	3.2
平均值 \bar{x}_i (%)		0.39	
标准偏差 S_i (%)		0.045	
t 值		3.143	
检出限(%)		0.14	
测定下限(%)		0.56	
注： i 为实验室编号。			

表 1-2-4 方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位：天津市环境监测中心

测试日期：2018年3月10日

平行号		试样	三次测定结果相对偏差%
测定 结果 (%)	1	0.29	5.0
	2	0.29	1.2
	3	0.25	0.9
	4	0.29	3.3
	5	0.27	4.4
	6	0.29	4.7
	7	0.24	4.1
平均值 \bar{x}_i (%)		0.27	
标准偏差 S_i (%)		0.021	
t 值		3.143	
检出限(%)		0.07	
测定下限(%)		0.27	
注： i 为实验室编号。			

表 1-2-5 方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位：长春市环境监测中心站

测试日期：2018 年 3 月 10 日

平行号		试样	三次测定结果相对偏差%
测定 结果 (%)	1	0.43	1.2
	2	0.45	2.9
	3	0.46	4.7
	4	0.42	1.7
	5	0.46	3.7
	6	0.45	3.1
	7	0.38	2.2
平均值 \bar{x}_i (%)		0.44	
标准偏差 S_i (%)		0.029	
t 值		3.143	
检出限(%)		0.09	
测定下限(%)		0.36	
注： i 为实验室编号。			

表 1-2-6 方法检出限、测定下限测试数据表

验证单位：黑龙江省环境监测中心站

测试日期：2018 年 3 月 10 日

平行号		试样	三次测定结果相对偏差%
测定 结果 (%)	1	0.50	3.9
	2	0.47	4.8
	3	0.49	5.0
	4	0.49	1.2
	5	0.48	0.3
	6	0.47	4.5
	7	0.40	5.0
平均值 \bar{x}_i (%)		0.47	
标准偏差 S_i (%)		0.033	
t 值		3.143	
检出限(%)		0.11	
测定下限(%)		0.44	
注： i 为实验室编号。			

1.3 方法精密度测试数据

以编制组寄送的统一固体废物焚烧残余物实际样品进行方法精密度测定。3 种生活垃圾、3 种医疗垃圾和 3 种危险废物。

表 1-3-1 方法精密度测试数据

验证单位：国家环境分析测试中心

测试日期：2018 年 3 月 4 日

平行号		样 1	样 2	样 3	样 4	样 5	样 6	样 7	样 8	样 9
测定结果 (%)	1	0.99	0.94	1.09	1.19	1.69	1.51	3.34	1.18	1.36
	相对偏差	1.9	1.6	2.7	3.8	4.2	5.0	4.1	4.0	3.3
	2	0.98	0.97	1.05	1.09	1.61	1.35	3.41	1.60	1.39
	相对偏差	2.9	3.1	4.6	5.0	4.7	4.9	2.2	1.7	0.9
	3	1.04	0.96	0.9	1.10	1.62	1.49	3.38	1.27	1.41
	相对偏差	4.2	4.4	4.9	5.0	3.1	4.7	4.9	5.0	4.6
	4	1.08	0.96	1.22	1.14	1.60	1.50	3.35	1.37	1.36
	相对偏差	5.0	4.2	4.7	3.0	2.8	2.1	2.7	3.1	3.7
	5	0.99	0.92	0.98	1.06	1.64	1.44	3.42	1.24	1.41
	相对偏差	1.2	2.6	3.1	4.2	2.5	3.7	4.8	4.9	0.7
	6	1.02	0.94	1.18	1.17	1.66	1.40	3.40	1.60	1.60
	相对偏差	1.9	3.1	3.7	4.1	4.8	4.9	5.0	3.4	4.6
平均值 \bar{x}_i (%)		1.02	0.95	1.07	1.13	1.64	1.45	3.38	1.38	1.42
标准偏差 S_i (%)		0.038	0.018	0.120	0.050	0.034	0.064	0.033	0.184	0.090
相对标准偏差 RSD_i (%)		3.8	1.9	11.2	4.5	2.1	4.4	1.0	13.3	6.3

表 1-3-2 方法精密度测试数据

验证单位：北京市环境保护监测中心

测试日期：2018 年 3 月 4 日

平行号		样 1	样 2	样 3	样 4	样 5	样 6	样 7	样 8	样 9
测定结果 (%)	1	0.92	0.93	0.86	0.83	1.38	1.28	3.44	1.19	1.24
	相对偏差	1.2	2.5	3.4	4.6	4.8	4.7	5.0	0.9	1.1
	2	0.89	0.95	0.88	0.91	1.37	1.31	3.30	1.13	1.28
	相对偏差	2.2	4.3	5.5	0.8	2.7	3.3	4.8	5.0	4.9
	3	0.87	0.88	0.90	0.93	1.33	1.30	3.29	1.17	1.19
	相对偏差	4.7	3.2	1.2	4.1	4.3	4.4	4.8	3.7	4.0
	4	0.91	0.80	0.92	0.82	1.33	1.26	3.25	1.28	1.24
	相对偏差	1.1	1.3	2.1	3.3	4.1	2.4	3.5	4.0	5.0
	5	0.88	0.85	1.04	0.84	1.41	1.22	3.29	1.27	1.23
	相对偏差	3.1	1.4	3.5	4.1	4.7	5.0	4.3	0.5	1.2
	6	0.87	0.86	0.89	0.87	1.36	1.24	3.31	1.22	1.33
	相对偏差	2.1	3.6	4.5	4.9	1.7	1.9	2.6	3.3	5.0
平均值 \bar{x}_i (%)		0.89	0.88	0.92	0.87	1.36	1.27	3.31	1.21	1.25
标准偏差 S_i (%)		0.021	0.055	0.064	0.045	0.031	0.035	0.065	0.058	0.048
相对标准偏差 RSD_i (%)		2.4	6.3	7.0	5.2	2.3	2.8	2.0	4.8	3.8

表 1-3-3 方法精密度测试数据

验证单位：杭州市环境监测中心站

测试日期：2018 年 3 月 10 日

平行号		样 1	样 2	样 3	样 4	样 5	样 6	样 7	样 8	样 9
测定结果 (%)	1	1.00	1.09	1.16	1.18	1.52	1.55	3.34	1.21	1.31
	相对偏差	1.8	4.3	2.5	3.6	4.5	1.9	2.8	3.9	4.6
	2	0.96	0.95	1.02	1.09	1.41	1.39	3.38	1.20	1.42
	相对偏差	2.2	1.9	3.6	4.1	2.8	1.2	3.6	4.2	2.8
	3	0.97	1.05	1.07	1.02	1.72	1.53	3.39	1.07	1.36
	相对偏差	2.2	4.8	1.8	3.5	1.4	2.8	3.4	1.4	4.8
	4	1.01	1.01	1.02	1.04	1.47	1.42	3.38	1.08	1.38
	相对偏差	1.0	1.8	2.5	2.9	4.0	2.9	3.9	3.1	3.4
	5	0.98	0.99	1.03	1.06	1.47	1.53	3.40	1.05	1.41
	相对偏差	1.5	1.0	2.8	2.0	4.8	3.1	4.2	2.2	3.0
	6	1.01	1.04	1.06	1.07	1.50	1.43	3.33	1.08	1.38
	相对偏差	2.2	3.3	4.1	3.8	2.8	2.4	3.9	4.1	2.8
平均值 \bar{x}_i (%)		0.99	1.02	1.06	1.08	1.52	1.48	3.37	1.12	1.38
标准偏差 S_i (%)		0.021	0.049	0.053	0.056	0.107	0.069	0.028	0.071	0.039
相对标准偏差 RSD_i		2.2	4.8	5.0	5.2	7.1	4.7	0.8	6.3	2.9

表 1-3-4 方法精密度测试数据

验证单位：天津市环境监测中心

测试日期：2018 年 3 月 10 日

平行号	样 1	样 2	样 3	样 4	样 5	样 6	样 7	样 8	样 9	
测定结果 (%)	1	0.90	0.80	0.96	1.01	1.39	1.09	3.03	1.01	1.28
	相对偏差	2.1	1.9	3.3	3.9	2.2	4.5	3.3	2.6	1.7
	2	0.83	0.83	1.04	0.90	1.37	1.02	3.03	0.87	1.21
	相对偏差	3.7	4.6	3.2	2.4	1.7	2.4	3.3	1.5	3.4
	3	0.86	0.84	0.96	0.83	1.45	1.03	3.03	1.07	1.20
	相对偏差	2.4	1.2	1.8	3.3	2.7	4.1	1.8	3.6	2.5
	4	0.90	0.88	0.90	0.89	1.45	1.02	3.02	1.01	1.25
	相对偏差	1.8	4.2	2.5	3.6	3.3	1.5	3.8	2.5	2.9
	5	0.83	0.86	0.98	0.95	1.42	1.04	3.01	1.03	1.25
	相对偏差	2.7	3.4	2.8	1.2	2.7	2.9	3.9	4.5	2.2
	6	0.86	0.93	1.00	1.05	1.43	1.03	3.03	1.02	1.26
	相对偏差	1.9	2.8	3.9	2.8	1.4	3.9	4.4	2.8	3.1
平均值 \bar{x}_i (%)	0.86	0.86	0.97	0.94	1.42	1.04	3.03	1.00	1.24	
标准偏差 S_i (%)	0.031	0.045	0.047	0.082	0.033	0.026	0.008	0.068	0.031	
相对标准偏差 RSD_i (%)	3.6	5.3	4.8	8.7	2.3	2.5	0.3	6.8	2.5	

表 1-3-5 方法精密度测试数据

验证单位：长春市环境监测中心站

测试日期：2018年3月10日

平行号		样1	样2	样3	样4	样5	样6	样7	样8	样9
测定结果 (%)	1	0.99	0.94	0.93	1.07	1.62	1.47	3.42	1.33	1.45
	相对偏差	2.0	1.5	1.8	3.1	2.6	4.1	3.6	1.7	4.3
	2	0.99	0.96	1.05	1.15	1.69	1.44	3.46	1.29	1.47
	相对偏差	1.9	2.3	2.7	3.6	4.2	4.8	2.0	1.3	3.3
	3	1.02	0.92	0.96	1.08	1.64	1.36	3.42	1.36	1.39
	相对偏差	2.8	2.6	3.6	3.7	4.8	1.5	1.7	2.8	3.4
	4	1.04	0.95	1.15	1.16	1.63	1.42	3.40	1.31	1.4
	相对偏差	2.8	3.6	4.0	3.8	4.5	3.3	1.8	2.1	3.9
	5	0.99	0.96	1.09	1.23	1.6	1.42	3.41	1.3	1.56
	相对偏差	4.2	2.8	3.9	4.1	1.1	1.9	2.8	2.7	3.5
	6	1.05	0.93	0.92	1.21	1.59	1.33	3.44	1.19	1.52
	相对偏差	1.1	1.8	2.8	3.4	4.1	4.4	4.8	2.8	2.6
平均值 \bar{x}_i (%)		1.01	0.94	1.02	1.15	1.63	1.41	3.43	1.30	1.47
标准偏差 S_i (%)		0.027	0.016	0.094	0.065	0.035	0.052	0.022	0.058	0.067
相对标准偏差 RSD_i (%)		2.7	1.7	9.3	5.7	2.2	3.7	0.6	4.5	4.5

表 1-3-6 方法精密度测试数据

验证单位：黑龙江省环境监测中心站

测试日期：2018 年 3 月 10 日

平行号	样 1	样 2	样 3	样 4	样 5	样 6	样 7	样 8	样 9	
测定结果 (%)	1	1.05	1.23	1.16	0.98	1.72	1.40	3.56	1.26	1.50
	相对偏差	4.8	4.2	5.0	3.4	4.1	3.9	2.5	3.8	4.1
	2	1.09	1.18	1.17	0.99	1.7	1.44	3.58	1.27	1.52
	相对偏差	4.8	3.3	2.8	4.8	3.1	2.2	2.4	2.9	3.9
	3	1.05	1.09	1.06	0.97	1.74	1.33	3.52	1.21	1.48
	相对偏差	3.8	4.5	3.0	2.4	2.9	4.7	3.2	2.0	4.9
	4	1.04	1.22	1.08	0.94	1.67	1.34	3.58	1.24	1.51
	相对偏差	3.4	3.9	2.8	2.3	2.7	3.4	4.4	5.0	2.4
	5	1.08	1.19	1.13	0.97	1.79	1.39	3.43	1.21	1.55
	相对偏差	2.5	3.3	4.1	2.8	4.2	3.5	3.7	3.9	4.4
	6	1.10	1.18	1.05	0.98	1.71	1.41	3.61	1.31	1.56
	相对偏差	3.9	2.6	2.7	2.9	3.4	3.9	4.4	4.7	2.8
平均值 \bar{x}_i (%)	1.07	1.18	1.11	0.97	1.72	1.39	3.55	1.25	1.52	
标准偏差 S_i (%)	0.025	0.050	0.052	0.017	0.041	0.042	0.064	0.038	0.030	
相对标准偏差 RSD_i (%)	2.3	4.2	4.7	1.8	2.4	3.1	1.8	3.1	2.0	

2 方法验证数据汇总

2.1 方法检出限、测定下限数据汇总

6家验证单位进行检出限的验证工作，按照方法分析条件平行测定7次，计算出方法检出限及测定下限，数据汇总见表2-1-1。

表 2-1-1 方法检出限、检出下限汇总表

实验室号	试样	
	检出限 (%)	测定下限 (%)
1	0.10	0.40
2	0.12	0.48
3	0.14	0.56
4	0.07	0.28
5	0.09	0.36
6	0.11	0.44

结论：取6家实验室方法检出限最大值为本方法的检出限，检出限为0.14%，测定下限为0.56%。

2.2 方法精密度数据汇总

6家验证单位进行了方法精密度验证工作，对3种生活垃圾、3种医疗垃圾和3种危险废物9个实际样品进行测定。分析结果见表2-1-2至2-1-4。

表 2-1-2 方法精密度数据汇总表

实验室号	样1			样2			样3		
	\bar{x}_i	S_i	RSD_i	\bar{x}_i	S_i	RSD_i	\bar{x}_i	S_i	RSD_i
1	1.02	0.038	3.8	0.95	0.018	1.9	1.07	0.2	11.2
2	0.92	0.021	2.4	0.88	0.055	6.3	0.92	0.064	7.0
3	0.99	0.021	2.2	1.02	0.049	4.8	1.06	0.053	5.0
4	0.86	0.031	3.6	0.86	0.045	5.3	0.97	0.047	4.8
5	1.01	0.027	2.7	0.94	0.016	1.7	1.02	0.094	9.3
6	1.07	0.025	2.3	1.18	0.05	4.2	1.11	0.052	4.7
总平均值 (%)	0.98			0.97			1.03		
实验室间相对标准偏差 (%)	7.7			12.0			6.8		
重复性限 r (%)	0.08			0.12			0.28		
再现性限 R (%)	0.23			0.34			0.32		

表 2-1-3 方法精密度数据汇总表

实验室号	样 4			样 5			样 6		
	\bar{x}_i	S_i	RSD_i	\bar{x}_i	S_i	RSD_i	\bar{x}_i	S_i	RSD_i
1	1.13	0.05	4.5	1.64	0.034	2.1	1.45	0.064	4.4
2	0.87	0.045	5.2	1.36	0.031	2.3	1.27	0.035	2.8
3	1.08	0.056	5.2	1.52	0.107	7.1	1.48	0.069	4.7
4	0.94	0.082	8.7	1.42	0.033	2.3	1.04	0.026	2.5
5	1.15	0.065	5.7	1.63	0.035	2.2	1.41	0.052	3.7
6	0.97	0.017	1.8	1.72	0.041	2.4	1.39	0.042	3.1
总平均值 (%)	1.02			1.55			1.34		
实验室间相对标准偏差 (%)	11.1			9.0			12.2		
重复性限 r (%)	0.16			0.15			0.14		
再现性限 R (%)	0.35			0.41			0.48		

表 2-1-4 方法精密度数据汇总表

实验室号	样 7			样 8			样 9		
	\bar{x}_i	S_i	RSD_i	\bar{x}_i	S_i	RSD_i	\bar{x}_i	S_i	RSD_i
1	3.38	0.033	1.0	1.38	0.184	13	1.42	0.09	6.3
2	3.31	0.065	2.0	1.21	0.058	4.8	1.25	0.048	3.8
3	3.37	0.028	0.8	1.12	0.071	6.3	1.38	0.039	2.9
4	3.03	0.008	0.26	1	0.068	6.8	1.24	0.031	2.5
5	3.43	0.022	0.64	1.3	0.058	4.5	1.47	0.067	4.5
6	3.55	0.064	1.8	1.25	0.038	3.1	1.52	0.03	2.0
总平均值 (%)	3.35			1.21			1.38		
实验室间相对标准偏差 (%)	5.2			11.1			8.3		
重复性限 r (%)	0.12			0.26			0.15		
再现性限 R (%)	0.50			0.45			0.35		

结论：6 家实验室分别对 3 种生活垃圾、3 种医疗垃圾和 3 种危险废物残余物样品进行精密度测定。9 个实际样品的实验室内相对标准偏差分别为：2.2%~3.8%、1.7%~6.3%、4.7%~11%、1.8%~8.7%、2.1%~7.1%、2.5%~4.7%、0.26%~2.0%、3.1%~13%和 2.0%~6.3%；实验室间相对标准偏差为：7.7%、12%、6.8%、11%、9.0%、12%、5.2%、11%和

8.3%；重复性限 r 为：0.08%、0.12%、0.28%、0.16%、0.15%、0.14%、0.12%、0.26%和 0.15%；再现性限 R 分别为：0.23%、0.34%、0.32%、0.35%、0.41%、0.48%、0.50%、0.45% 和 0.35%。