

附件3

《环境空气 降尘的测定 重量法（征求意见稿）》

编制说明

《环境空气 降尘的测定 重量法》

标准编制组

二〇二〇年九月

项目名称：《环境空气 降尘的测定 重量法》

项目统一编号：2018-3

承担单位：天津市生态环境监测中心

编制组主要成员：吴宇峰 刘金冠 尹彦勋 许亮 张肇元 王效国 陈晨

韩少强 郭鸿博 王欣

标准所技术管理负责人：李旭华 余若祯

生态环境监测司质管处项目负责人：楚宝临

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	降尘的环境危害.....	2
2.2	相关生态环境标准和生态环境管理工作的需要.....	3
2.3	现行环境监测分析方法标准实施情况和存在问题.....	4
3	国内外相关分析方法研究.....	4
3.1	国内外及国际组织相关分析方法研究.....	4
3.2	国内外相关文献报道的分析方法.....	5
4	标准制修订的基本原则和技术路线.....	7
4.1	标准制修订的基本原则.....	7
4.2	标准制修订的技术路线.....	7
5	方法研究报告.....	8
5.1	方法研究的目标.....	8
5.2	方法原理.....	8
5.3	试剂和材料.....	1 1
5.4	仪器和设备.....	1 1
5.5	样品.....	1 3
5.6	分析步骤.....	2 3
5.7	空白试验.....	2 4
5.8	结果计算与表示.....	2 4
5.9	质量保证和质量控制.....	2 4
5.10	注意事项.....	2 6
6	方法验证.....	2 6
6.1	方法验证方案.....	2 6
6.2	方法验证过程及结论.....	2 8
7	本标准与原标准的差异说明.....	2 8
8	参考文献.....	3 5
	附一：方法验证报告.....	3 7

《环境空气 降尘的测定 重量法（征求意见稿）》 编制说明

1 项目背景

1.1 任务来源

根据《关于开展 2018 年度国家环境保护标准项目实施工作的通知》（环办科技函〔2018〕225 号），下达了修订《环境空气 降尘的测定 重量法》（GB/T 15265-94）的项目计划书，项目统一编号为：2018-3。

本标准项目的承担单位为天津市生态环境监测中心。

1.2 工作过程

1.2.1 成立标准编制组

2018 年 4 月任务下达后，天津市生态环境监测中心成立标准编制组，编制组成员中包括有多年环境空气中降尘分析工作经验的同志和目前从事该项目分析工作的同志。

1.2.2 编写开题报告和标准草案

2018 年 5 月至 7 月，根据《国家环保标准制修订工作管理办法》的相关规定，检索、查询和收集国内外相关标准和文献资料，并根据国内相关质量标准，对目前环境空气中降尘的分析方法、研究进展以及存在问题进行归纳和总结。在整理借鉴的基础上，对方法中涉及的样品前处理方法、分析方法和干扰消除等主要内容进行了初步的研究和探讨，拟定标准方法制修订的基本原则和技术路线。

2018 年 8 月至 12 月，标准编制组根据拟定的技术路线，进行了采样点高度、收集液优化、平行样品采集、质控方法等实验研究，并在此基础上编写了开题论证报告及标准文本草案。

1.2.3 召开开题论证会

2018 年 12 月 27 日，由生态环境监测司组织专家在北京召开了本标准的开题论证会。专家委员会听取了标准编制组的汇报，经过质询、讨论，专家委员会通过了本标准的开题论证。提出以下修改意见：

- （1）通过实际样品采集，进行方法精密度验证；
- （2）细化实验过程中蒸发过程的描述；
- （3）增加不同材质的采样容器（玻璃和陶瓷）；
- （4）降尘监测降尘总量（含干沉降和湿沉降）。

1.2.4 方法验证

2019 年 1 月至 3 月，标准编制组按照计划任务书的要求，结合开题论证意见以及《环

境监测分析方法标准制修订技术导则》（HJ 168-2010）的技术要求，确定了实验方案。通过方法测定条件的优化以及精密度和准确度测定等大量实验研究，确定最佳实验方法，并编写《环境空气 降尘的测定 重量法》方法验证方案。

2019年4月至5月，完成实验室内方法特性指标的验证试验。2019年5月至8月，根据《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家实验室进行实验室间的方法验证。2019年9月，汇总各实验室的数据进行统计分析，完成方法验证报告。

1.2.5 编写标准征求意见稿及编制说明

2019年10月，根据实验研究结果及方法验证结果，在总结分析国内外相关标准的基础上，完成《环境空气 降尘的测定 重量法》征求意见稿及编制说明的编写。

1.2.6 征求意见稿技术审查

2020年6月11日，由生态环境监测司组织专家召开了本标准的征求意见稿技术审查会。专家委员会听取了标准编制组的汇报，经过质询、讨论，专家委员会通过了本标准的征求意见稿技术审查。提出以下修改意见：

- （1）进一步核实集尘缸放置高度，取消清洁对照点；
- （2）完善质量保证和质量控制中质控样品的要求，注意事项条款的表述；
- （3）删除硫酸铜溶液采集降尘样品的相关内容。

2 标准制（修）订的必要性分析

2.1 降尘的环境危害

2.1.1 降尘的定义

大气降尘是指在空气环境条件下，靠重力自然沉降在集尘缸中的颗粒物。粒径多在10 μm以上，但空气中10 μm以下的尘粒也能沉降，此外，当空气湿度较大或发生降水时，气溶胶通过冲刷作用也可降落于地表形成降尘^[1]。

2.1.2 降尘的来源

降尘是大气中粉尘的沉积物，大气中粉尘颗粒物的来源可以分为自然来源和人为来源。在自然源和人为源中都有一次和二次颗粒物的来源。自然源中一次颗粒物的来源主要有：土壤颗粒物和地球表面的沉积物、火山喷发形成的火山粉尘、由各种火灾产生的烟尘颗粒、海洋中波浪破碎和气泡爆炸产生的大气气溶胶、陨石进入地球大气层分解形成的宇宙粉尘、生物界的花粉、孢子等。二次颗粒物的来源主要有森林中放出的碳氢化合物经光化反应后产生的微小颗粒，自然界硫、氮、碳循环中的转化物等^[2]；人为源主要包括工业过程，如矿山和露天采石场等产生的工业粉尘^[2]、交通、建筑、工业等各种非点源所产生的颗粒物，在风力、水力及重力作用下，沉积在城市不透水地面，形成的地表降尘^[3]。

2.1.3 降尘的环境影响

大气降尘是地球表层地—气系统物质交换的一种形式，是陆地生态系统的重要组成部分。从空气动力学角度上讲，由于大气降尘极易沉降，所携带的污染物易造成近源污染；但在风力较强劲的时候，大气沉降也能在大气中长距离迁移而造成远源污染。大气沉降不仅危害人类健康，还改变大气辐射平衡，影响植物光合作用和土壤性质等。

2.2 相关生态环境标准和生态环境管理工作的需要

2.2.1 降尘相关生态环境标准

表1和表2分别为国内部分城市降尘量评价标准和部分国家和地区降尘评价标准。国内各城市，根据本地环境质量制定了评价标准，其中天津市、青岛市和南京市采用的是高于清洁对照点一定量来对城市降尘量进行评价。除德国标准较为宽松外，其他国家或地区的标准值均较国内严格。

表1 国内部分城市降尘量评价标准

单位：t/km²·30 d

省份	城市	采用评价方法
辽宁省	大连	8.0
天津市	市区	清洁对照点+7
山东省	青岛	清洁对照点+7
江苏省	南京	清洁对照点+3
上海市	全市	10.0
广东省	深圳	8.0

表2 部分国家和地区降尘评价标准

单位：t/km²·30 d

国家	地区	标准类别描述	标准限值
美国	华盛顿州	居住区标准	5.6
	肯塔基州	年均值	5.9
	怀俄明州	月均值	5.1
德国		可能污染	10.5
		很可能污染	19.5
澳大利亚		破坏宜人的环境	4.0
		不可接受的质量变差	10.0
加拿大	马尼托巴湖	最大期望值	6.0
		最大可接受值	8.0
	纽芬兰	年平均	4.6

根据2019年生态环境部最新发布，将实施重点区域降尘考核。京津冀及周边地区、汾渭平原各市平均降尘量不得高于9 t/km²·30 d；长三角地区不得高于5 t/km²·30 d，其中苏北、皖北不得高于7 t/km²·30 d。

2.2.2 生态环境管理工作的需要

大气降尘量的监测是开展较早的大气污染物例行监测项目,是反映大气尘粒污染的主要指标之一。我国国家环境保护“十三五”规划中提出要“分区施策改善大气环境质量”,“实施大气环境质量目标管理和限期达标规划”。2019年生态环境部实施重点区域降尘考核。因此,环境空气中降尘量的测定对于大气环境质量评价,以及评价各城市污染状况,实施城市大气环境质量目标管理具有重要意义。

2.3 现行环境监测分析方法标准实施情况和存在问题

降尘是我国开展较早的大气污染物例行监测项目,1994年颁布的以重量法为基础的《环境空气 降尘的测定 重量法》(GB/T 15265-94),具有适用范围广、简便易行等优点,一直在我国环境监测工作中起着重要作用。现行国标经过二十多年的使用,也存在以下问题:

(1) 采样过程与国外标准存在明显差异,该方法对采样点位的设定要求不够细化,关于每个区域点位布设原则及注意事项未做要求;

(2) 原标准对集尘缸的外形设计和材质要求过于单一。参考相关国际标准以上内容可以适当放宽。材质可以是陶瓷、玻璃、有机玻璃和不锈钢;

(3) 原集尘缸的设计未考虑防风、防鸟,增大了采样失败、样品废弃的可能性;

(4) 处理样品时,手动去除干扰物受实验人员主观影响比较大,一些较小的干扰物很难肉眼识别以及人工去除,因此实验过程耗时且效果不佳;

(5) 实验工具—淀帚有效面积较小,清理颗粒物不方便;

(6) 该方法对质量控制要求不够细化,虽然该方法包括精密度和准确度部分,但应如何制备用于质量管理的样品未做说明;

(7) 实验记录信息较少,除已规定的地点、编号、时间、标识等,应补充采样期间的异常天气说明等,有助于最终结果的解释与分析。

3 国内外相关分析方法研究

3.1 国内外及国际组织相关分析方法研究

编制组对国外相关标准及文献进行了调研。国际标准 ISO-DIS 4222-2-80《空气质量 大气降尘的测量 水平沉积缸法》中采用湿法采样,美国材料与实验协会 ASTM 标准 D1739-98 (2017) 中采用干法采样。ISO-DIS 4222-2-80 中,向集尘缸中添加 5% (V/V) 甲氧基乙醇溶液,用来杀菌、减藻和防冻,同时避免降尘的“二次起尘”;ASTMD1739-98 中将空的集尘缸直接置于点位进行样品采集。干法收集最接近自然状况下的沉降过程,大气中的尘粒直接沉降在容器器壁和底部,但是干法收集最明显的缺点是无法避免容器内降尘的“二次起尘”。2个标准均以重量法测定环境空气中的非水溶性颗粒物和可溶性物质,二者之和为降尘总量。

我国的降尘测定标准《环境空气 降尘的测定 重量法》(GB/T 15265-94)中采用湿法采样,采样前向集尘缸内添加适量乙二醇用以杀菌、减藻和防冻,同时避免降尘的“二次起尘”。该标准以重量法测定环境空气中的降尘总量和降尘总量中可燃物的量。

表 3 国际组织相关标准分析方法

国家/组织	标准号	标准名称	采样方法	前处理	测定方法
中国	GB/T 15265-94	环境空气 降尘的测定重量法	湿法	人工去除	降尘总量； 降尘总量中可燃物测定
国际标准	ISO-DIS 4222-2-80	空气质量 大气降尘的测量 水平沉积缸法	湿法	1 mm 筛	非水溶性颗粒物和水溶性物质，二者之和为降尘总量
美国	ASTM 标准 D1739-98	降尘的采样与测定标准（可沉降颗粒物）	干法	1 mm 筛	非水溶性颗粒物和水溶性物质，二者之和为降尘总量

3.2 国内外相关文献报道的分析方法

国内外大气降尘研究中,对某一地区空气质量进行评价或对降尘中化学组分污染特征进行研究时,降尘样品普遍为干沉降和湿沉降之和^[4-7],少量研究将干沉降和湿沉降分别采集进行研究^[8]。

量化大气降尘通量有 2 种方法:理论计算和实验测量。理论计算的一些模型是为了气体的沉积而衍生的,并不一定适用于宏观颗粒物的估算。多项实验研究表明,不同的计算方法所获得降尘量的值分布范围很广^[9],说明理论计算对降尘量进行估算的方法具有较大的误差。

第 2 种方法是通过使用替代表面或集尘器来测量降尘通量。替代表面是被用来替代原始表面。由于该装置易于安装并且可以较好的与原始表面结合,被广泛用于风洞实验中,从而避免了气流的扰动。文献中使用过的替代表面包括:水或防冻剂^[10],玻璃珠^[11],湿滤纸^[12],粘性表面(如油纸或液体石蜡^[13]),纸^[14],玻璃或金属^[9]、塑料(如 PVC)网^[15-17]等。该方法虽然在风洞中很方便,但由于实际环境和仪器问题限制,在实际野外实验中通常不推荐使用替代表面,尤其在长期测量或者必须在地面以上测量时。野外实验中,通常使用集尘器测量降尘。集尘器有多种类型,从简单的结构(如普通家用桶)到复杂的配备减少气流的扰动空气动力学装置的仪器^[18-23]。

基于大气降尘的收集一般是模拟自然状况下的沉降过程这一认识,现在所采用的降尘收集装置主要有干法收集、湿法收集和玻璃球法收集 3 种。这 3 种收集装置原理基本相同,仅是根据收集容器内所添加介质的不同而加以区分,并因此而具有不同的收集效率。收集容器一般有圆柱形玻璃缸、塑料桶、塑料箱等,规格也不尽一致。国际标准(ISO-DIS 4222-2-80)中建议的集尘器为内径 20 cm,深 40 cm 的平底圆筒容器;美国标准中建议的集尘器为顶上开放的圆柱体,内径不小于 15 cm,高与内径之比不小于 2,材质为不锈钢或防水材料。在我国,集尘缸的国家标准为高 30 cm、直径为 15 cm 的圆柱体玻璃缸(GB/T 15265-94),但在实际的研究中,为了方便和提高集尘器的集尘效率,所用的规格也不尽相同,见表 4。

表 4 不同研究者所采用的降尘收集方法^[24]

收集方法	收集器尺寸 (cm)	收集地点	收集器安装高度
干法	D=20, H=70, 圆柱形	新疆和田	0.7 m, 1.8 m, 10 m 建筑物顶, 距离建筑物

收集方法	收集器尺寸 (cm)	收集地点	收集器安装高度
			顶 1.5 m
湿法	H=15, 塑料箱, 加蒸馏水	甘肃, 陕西	8 m~12 m 建筑物顶
干法、湿法、玻璃球	D=25, H=35, 圆柱形	宁夏中卫	1.9 m
干法	D=15, H=30, 圆柱形	宁夏中卫	2 m
干法	D=20, H=30, 圆柱形	新疆和田	0.7 m, 1.8 m, 10 m 建筑物顶, 距离建筑物顶 1.5 m
湿法	D=15, H=30, 圆柱形	西北	2 m~3 m 建筑物顶
湿法	灯芯式沙尘垂直收集仪	民勤	0~50 m
干法	D=15, H=30, 圆柱形	宁夏中卫	0~50 m
湿法、膜法	D=15, H=30, 圆柱形	甘肃	4 m
干法	D=15, H=30, 圆柱形	京津冀地区	地表或楼顶
湿法	圆柱形盆	甘肃	8 m~12 m 建筑物顶, 距建筑物顶 1.5 m
玻璃球法, 石蜡	D=8.15, H=6, 圆柱形	马里	3 m 建筑物顶
玻璃球法	D=11, H=39, 圆柱形; L=47, W=31, H=11, 长方体	死海	0.5~5 m
湿法、垫子、网槽	碗形: H=40, S=0.23; 正方形托盘: L=90, W=60	加纳	1 m; 6 m~10 m 建筑物顶
玻璃球法	正方形, S=0.113	澳大利亚	2 m
干法	D=15, H=30, 圆柱形集尘器	艾比湖	—
隔板法, 湿法, 湿/隔板	D=15, H=30, 圆柱形集尘器	南京	5 m~12 m
湿法	D=9, H=20, 圆柱形	北京	23 m 建筑物顶, 距建筑物顶 1.5 m
干法+阻尼网	D=21, H=3, 圆形托盘	利比亚	2.5 m
玻璃球法	D=15, H=30, 圆柱形	柴达木盆地	1.5 m, 3.5 m
干法+泡沫	D=25, H=4.3, 倒置飞碟	新西兰	1.4 m
干法+垫子	D=24.5, H=3.4, 倒置飞碟	比格斯普林	<2 m

有些研究采用了不同于以上 3 种的集尘缸进行收集降尘, 如 MDCO (Marble Dust Collector)、倒置的飞碟以及改进型的倒置飞碟^[25]、正方形的集尘缸和碗状集尘缸。利用集尘缸收集降尘时, 方法不同, 集尘缸效率不同, 收集的降尘量也不同。Mamadou Sow^[25]等利用风洞对 MDCO 收集器、倒置的飞碟以及有无导流环的收集器进行了验证, 但结果发现以上几种收集器的收集效率很低, 通常低于 50%甚至更低。

美国地质调查局^[26] (USGS) 利用风洞对 3 种收集降尘的方法分别进行了模拟测试, 包括干法、玻璃球法和湿法 (水) 收集方法, 测试了 5 种风速 (范围: 1 m/s~5 m/s) 和 7 种粒度级别 (范围: 10 μm ~80 μm) 样品的收集效率和容量。结果显示, 随着风速的增加, 所有采样器都显示出收集效率的快速下降。随着颗粒变大, 收集效率也会下降。向收集器添加玻

璃珠可提高其效率，玻璃珠可保护沉降的灰尘免于重新悬浮，并最大限度地减少降雨期间的外流，且收集的沉积物比原始粉尘更细，颗粒尺寸的偏差在细颗粒部分中比在粗颗粒部分中更多。

张正偲等^[24]探讨了不同降尘收集方法的收集效率，结果发现干法收集的降尘量仅占湿法的 5%~62%；减速法仅占湿法的 50%~95%；过滤网法仅占湿法的 43%~89%；玻璃球+过滤网法仅占湿法的 40%~80%。除此之外，其他研究中也发现干法的收集效率低于湿法，如 McTainsh 等^[27]认为干法收集的降尘量仅为湿法的 64%；王赞红^[28]认为干法收集的降尘量仅为湿法的 76%；钱广强等^[29]研究表明干法收集的降尘量为湿法的 73%；玻璃球法收集的降尘量为湿法的 77%，干法与玻璃球法的效率差别不是很大。不同的降尘收集方法，风速明显影响降尘效率，平均风速<2.5 m/s 时，降尘效率随平均风速增加而降低；但在平均风速>2.5 m/s 时，降尘效率与平均风速之间无明显规律。湿法收集的降尘粒度最细，依次为减速法、玻璃球+过滤网法、过滤网法和干法。平均风速，>5 m/s 的平均风速与湿法，减速法收集的降尘量之间可以用指数函数表示。

Breuning-Madsena 等^[29]指出湿法（集尘缸内为水）可以作为一种收集区域所有沉积物的方法，湿法的集尘缸内的降尘量要比其他方法收集的多，同时湿法所收集的沉积物的粒度要比其他方法的细。但在蒸发量较大或偏远的野外地区，如我国西北干旱区，在进行野外长期降尘观测中，采用湿法收集降尘还存在一定的难度，玻璃球法可以作为一个较好的选择^[30]。

4 标准制修订的基本原则和技术路线

4.1 标准制修订的基本原则

按《环境监测分析方法标准制修订技术导则》（HJ 168-2010）要求制定本标准，本着重点突出，内容准确，数据真实，言简意赅，方法可操作性强的原则制定本标准。

（1）本方法的检出限和测定范围满足相关环保标准和环保工作的要求。

按照《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》（HJ 168-2010）要求进行方法测定范围和适用范围的研究，以满足质量标准的要求。

（2）本方法准确可靠，满足各项方法特性指标的要求。

通过不同实验室间以及实验室内对多种代表性实际样品测定的分析比对，确保本方法准确可靠，精密度和准确度能够满足各项方法特性指标的要求。

（3）本方法具有普遍适用性，易于推广使用。

本标准结合了降尘分析技术发展趋势和国内监测机构能力现状，所制订的环境空气中降尘的监测方法，能适应我国绝大部分环境监测及相关实验室的仪器设备、技术能力。

4.2 标准制修订的技术路线

针对原标准存在的问题，研究内容以及采用的研究方法主要有以下几个方面：

（1）样品采样布点的优化：采样点高度；

（2）样品采样方式的选择：包括干法、湿法以及湿法监测中收集液的确定；降尘采集天数与缸截面积的关系；

(3) 质量保证与质量控制。

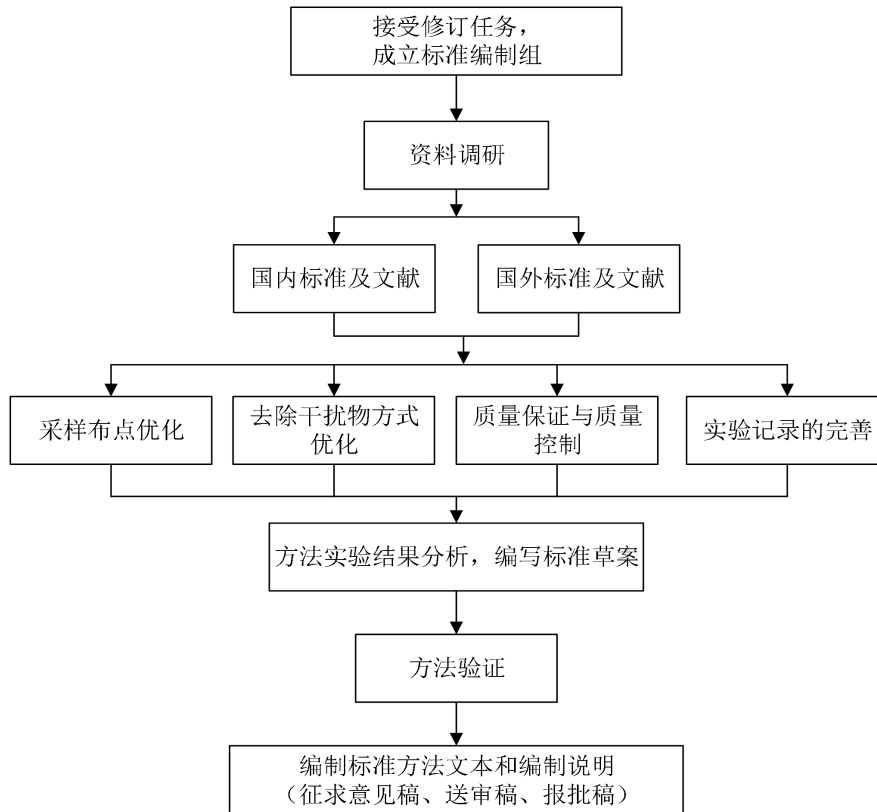


图 1 技术路线图

5 方法研究报告

5.1 方法研究的目标

本标准适用于测定环境空气中的降尘,通过本标准的修订,进一步提高方法的可操作性,通过统计检验技术确认方法的检出限、测定下限、实验室内和实验室间的准确度和精密度,使其能够满足生态环境管理工作对降尘的测定要求。根据 2019 年生态环境部最新发布重点区域降尘考核,京津冀及周边地区、汾渭平原各市平均降尘量不得高于 $9 \text{ t/km}^2 \cdot 30 \text{ d}$; 长三角地区不得高于 $5 \text{ t/km}^2 \cdot 30 \text{ d}$, 其中苏北、皖北不得高于 $7 \text{ t/km}^2 \cdot 30 \text{ d}$ 。因此,本方法检出限应小于等于 $5 \text{ t/km}^2 \cdot 30 \text{ d}$ 的十分之一,即 $0.5 \text{ t/km}^2 \cdot 30 \text{ d}$ 。

5.2 方法原理

5.2.1 标准适用范围

原标准 1.1 主体内容中“规定了降尘的测定方法”、“采用乙二醇水溶液做收集液的湿法采样,用重量法测定环境空气中的降尘”,本标准简化为“测定环境空气中降尘的重量法”,使测定方法更突出、明了。原标准 1.2 适用范围中规定“适用于测定环境空气中可沉降的颗粒物”,本标准简化为“适用于测定环境空气中的降尘”,使阐述更直接,降尘的定义在本标

准“术语和定义”中具体阐述。

5.2.2 方法原理

原标准方法原理为“空气中可沉降的颗粒物，沉降在装有乙二醇水溶液做收集液的集尘缸内，经蒸发、干燥、称重后，计算降尘量”，通过后续的实验证明，本标准与原标准在方法原理上并无差异，仍然选用乙二醇水溶液为收集液、重量法测定降尘量，因此本标准的方法原理为“环境空气中可沉降的颗粒物，沉降在以乙二醇水溶液为收集液的集尘缸内，经蒸发、干燥、称重后，计算降尘量”，基本保留了原标准关于方法原理的阐述。

5.2.3 方法检出限

原标准的“方法检测限为 $0.2 \text{ t/km}^2 \cdot 30 \text{ d}$ ”，此次标准修订，本实验室选用 3 种品牌乙二醇溶液测定本实验室方法检出限，同时邀请 6 家实验室进行了方法检出限的验证。

5.2.3.1 方法检出限和测定下线的测定方式

将空白样品加入集尘缸，即 60 ml 乙二醇及 50 ml 蒸馏水，按照样品分析的全部步骤，进行不少于 7 次平行测定，按 HJ 168-2010 中检出限的计算公式得出方法检出限。计算平行测定的标准偏差 S ，方法检出限 $\text{MDL} = t_{(n-1,0.99)} \times S$ ，以 4 倍方法检出限为本方法测定下限。

式中：MDL—方法检出限；

n —样品的平行测定次数；

t —自由度为 $n-1$ ，置信度为 99% 时的 t 分布（单侧）；

S — n 次平行测定的标准偏差。

其中，当自由度为 $n-1$ ，置信度为 99% 时的 t 值可参考下表取值。

表 5 自由度为 $n-1$ ，置信度为 99% 的 t 值表

平行测定次数 (n)	自由度为 ($n-1$)	$t_{(n-1,0.99)}$
7	6	3.143
8	7	2.998
9	8	2.896

5.2.3.2 本实验室方法检出限

本实验室选用 3 个品牌，分别为天津市科密欧化学试剂有限公司（分析纯）、天津市富宇精细化工有限公司（分析纯）、天津市风船化学试剂科技有限公司（分析纯）的乙二醇试剂，使用电子分析天平（仪器编号：1201310779；检定）称量，进行检出限测定，数据见表 6 至表 8。

表 6 方法检出限测试数据表（科密欧）

单位： $\text{t/km}^2 \cdot 30 \text{ d}$

测定结果	序号	测定值
	1	0.1243

测定结果	序号	测定值
	2	0.1751
	3	0.0791
	4	0.0565
	5	0.0791
	6	0.0678
	7	0.0904
	8	0.1695
平均值	0.105	
标准偏差	0.046	
$t_{(n-1,0.99)}$	2.998	
检出限	0.2	

表 7 方法检出限测试数据表（富宇）

单位： t/km²·30 d

测定结果	序号	测定值
	1	0.0113
	2	0.0056
	3	0.0113
	4	0.0113
	5	0.0339
	6	0.0226
	7	0.0113
8	0.0339	
平均值	0.018	
标准偏差	0.011	
$t_{(n-1,0.99)}$	2.998	
检出限	0.1	

表 8 方法检出限测试数据表（风船）

单位： t/km²·30 d

测定结果	序号	测定值
	1	0.2768
	2	0.1356
	3	0.2203
	4	0.2486
	5	0.3107
	6	0.2712
7	0.3672	

测定结果	序号	测定值
	8	0.2373
平均值	0.258	
标准偏差	0.068	
$t_{(n-1,0.99)}$	2.998	
检出限	0.3	

根据统计，本实验室方法检出限为 0.3 t/km²·30 d，测定下限为 1.2 t/km²·30 d。

5.2.3.3 6 家实验室方法检出限

6 家实验室对空白样品（60ml 乙二醇及 50ml 蒸馏水加入降尘缸）进行 7 次平行测定，检出限分别为 0.3 t/km²·30 d，0.2 t/km²·30 d，0.1 t/km²·30 d，0.2 t/km²·30 d，0.3 t/km²·30 d，0.1 t/km²·30 d；测定下限分别为 1.2 t/km²·30 d，0.8 t/km²·30 d，0.4 t/km²·30 d，0.8 t/km²·30 d，1.2 t/km²·30 d，0.4 t/km²·30 d。

综合本实验室和其他 6 家实验室的数据，将原标准中“方法检测限为 0.2 t/km²·30 d”，修订为“方法检出限为 0.3 t/km²·30 d，测定下限为 1.2 t/km²·30 d。”

5.3 试剂和材料

通过不同收集液的对比，详见本文 5.5.2.2“收集液的选择”，本方法保留乙二醇水溶液为收集液，试剂和材料的选择与原标准一致，分析时仍使用符合国家标准的乙二醇 (C₂H₆O₂) 分析纯试剂，实验用水为蒸馏水或同等纯度的水。

5.4 仪器和设备

5.4.1 集尘缸

本标准要求“集尘缸：内径（15±0.5）cm，高 30 cm 的圆筒形缸，材质为有机玻璃、玻璃或陶瓷，缸底要平整，缸内壁光滑，如有磨损，应立即更换”。

原标准中集尘缸为玻璃缸，缸底平整即可。通过文献以及实际工作中，几种常见的材质为玻璃，陶瓷，不锈钢，有机玻璃。由于不锈钢材质在野外长期采样，特别是有些地区气象条件恶劣，日晒风蚀，加之采样中收集液内会落入各种异物，收集液的成分也会随之变得复杂，因此不锈钢材质在使用一段时间后，会无法真正保持“不锈”的性质，最终导致样品测定结果偏高。

本标准在保留玻璃材质的基础上，增加了陶瓷材质，考虑到玻璃缸、陶瓷缸重且易破损，增加了有机玻璃材质，该材质惰性、较轻，不易损毁，使用这 3 种集尘缸采集的样品在测定结果上无显著差异，见表 9。但有机玻璃缸制作时建议一次成型，避免接缝处胶粘。同时，除原标准“缸底要平整”的要求外，补充对集尘缸“缸内壁光滑，如有磨损，应立即更换”的要求，防止降尘附在磨损后的缸壁上不易全部转移，避免由此造成的实验误差。

表 9 3 种材质集尘缸对比

单位: t/km²·30 d

点位	玻璃缸	陶瓷	有机玻璃缸
A	8.1	8.0	7.8
B	6.6	6.4	6.4
C	6.0	6.5	6.3
D	7.4	7.1	7.5
E	5.9	6.2	5.5

5.4.2 金属筛

原标准在处理样品时靠人工手动去除落入缸内的树叶、昆虫等干扰物。这种方式一方面受实验人员主观影响比较大,导致不同实验人员出具的数据可比性较差,不利于长期性的大气环境质量评价,也不利于各城市之间污染状况的对比和数据分析;另一方面一些更细小的干扰物,如柳絮、昆虫脚等很难肉眼识别、人工去除,过程耗时且效果不佳。

本标准增加了 1 mm (18 目) 金属筛,使用金属筛去除干扰物。根据大气降尘粒径分布的相关文献可知,大气降尘中小于 50 μm 的颗粒占 70%~98%^[31],小于 63 μm 的颗粒占 83%~82%^[32],因此该孔径的金属筛不会截留环境空气中受重力自然沉降的颗粒物,同时又可以快速、有效地去除标准中提及的树叶、枯枝、鸟粪、昆虫、花絮等干扰物。



图 2 孔径为 1 mm (18 目) 的金属筛

5.4.3 软质硅胶刮刀

原标准中使用淀帚擦洗缸壁、扫除尘粒,并给出其制作方式“在玻璃棒的一端,套上一小段乳胶管,然后用止血夹夹紧,放在 (105±5) °C 的烘箱中,烘 3 h 后使乳胶管粘合在一起,剪掉不粘合的部分制得”。但在实际工作中,集尘缸面积较大,淀帚有效面积较小,清理颗粒物不仅实验效率低,而且容易遗漏,且淀帚的制作存在一定难度,不易制作成功。因此建议改用面积较大、易冲洗的软质硅胶刮刀代替,可提高实验效率,如图 3 所示。

5.4.4 烘箱、一般实验室常用仪器和设备

原标准的测定过程使用了烘箱和一般实验室常用仪器和设备,但在“仪器”章节未提及,本标准在“仪器和设备”章节进行补充。



图 3 软质硅胶刮刀

5.5 样品

5.5.1 采样点的设置

5.5.1.1 监测点位布设技术要求

(1) 参考《环境空气质量手工监测技术规范》(HJ 194-2017)，增加“采样点周围水平面应保证有 270° 以上的捕集空间，不能有阻碍空气流动的高大建筑、树木或其他障碍物，并避开局部污染源；如果采样口一侧靠近建筑，采样口周围水平面应有 180° 以上的自由空间。从采样口到附近最高障碍物之间的水平距离，应为该障碍物与采样口高度差的两倍以上，或从采样口到建筑物顶部与地平线的夹角小于 30°”的点位布设要求。

(2) 参考《环境空气质量监测点位布设技术规范(试行)》(HJ 664-2013)，并结合原标准中“如放置在屋顶平台上，距平台 1 m~1.5 m，避免平台上扬尘的影响”的规定，修改为“如放置在屋顶平台上，采样口离建筑物墙壁、屋顶等支撑物表面的距离应大于 1 m，距平台 1 m~1.5 m，避免支撑物及平台上扬尘的影响”。

(3) 原标准中“普通的采样点一般设在矮建筑物的屋顶，或根据需要也可以设在电线杆”，考虑到电线杆本身为障碍物，会对遮挡某一方向的降尘，影响样品的代表性，本标准删除在电线杆上布点的要求。

(4) 根据实际工作需要布设对照点，不强制要求，本标准删除“在清洁区设置对照点”。

5.5.1.2 集尘缸放置高度

原标准中“集尘缸放置高度应距离地面 5 m~12 m”，通过查阅国外相关标准，ASTM 标准 D1739-98《降尘的采样与测定标准(可沉降颗粒物)》未对集尘缸放置高度做出规定。ISO-DIS 4222-2-80《空气质量 大气降尘的测量 水平沉积缸法》要求集尘缸放置高度为 (14 ± 2) m。

为了考察集尘缸布设高度对降尘采集量的影响，在同一采样点位，间距 2 m，采集 4 组平行样品，4 组集尘缸放置高度分别为 5 m、8 m、12 m、15 m，见图 4，测定不同高度下降尘的采集量，确定更为合理的采样高度。



图 4 不同高度下降尘的采集

表 10 不同高度下降尘的采集量

单位: $t/km^2 \cdot 30 d$

采样高度	周期 1		周期 2		周期 3		周期 4	
	测定值	平均值	测定值	平均值	测定值	平均值	测定值	平均值
5 m	7.2	7.2	7.9	8.4	9.8	9.5	7.9	8.0
	7.1		9.0		9.2		8.1	
8 m	5.9	6.1	7.2	7.2	7.5	7.4	7.0	7.0
	6.3		7.3		7.2		7.0	
12 m	6.4	5.8	6.9	7.0	6.7	6.4	6.4	6.4
	5.2		7.2		6.1		6.3	
15 m	5.7	5.6	6.4	6.6	6.5	6.1	5.9	5.8
	5.6		6.8		5.7		5.6	

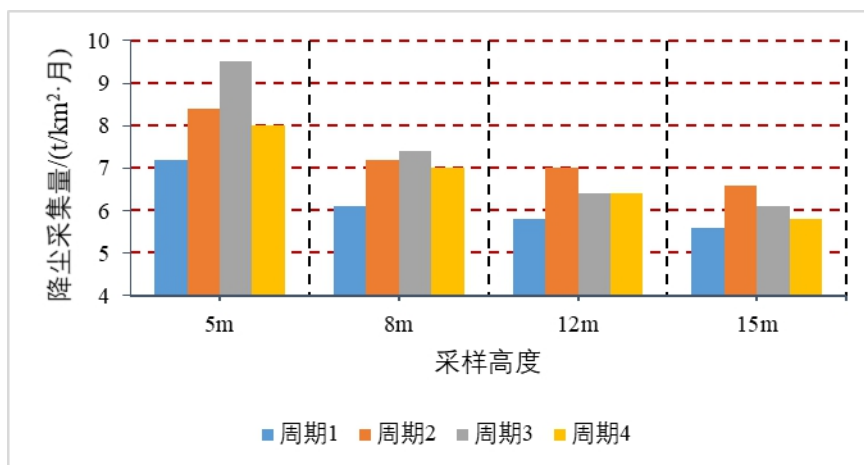


图 5 不同高度降尘采集量对比图

根据表 10 和图 5，降尘的采集量在不同高度上有所不同，随着高度的增加，样品受地面颗粒再悬浮的影响逐渐减小，降尘的采集量减少。特别是在 5 m~8 m（以普通住宅标准层高 2.8 m 计，5 m~8 m 为 2 楼~3 楼）采样高度，降尘的采集量减少较多，而 8 m~15 m（3 楼~5 楼），降尘的采集量减少趋势减缓，趋于平稳。为了增加样品整体的可比性，本标准将采样高度调整至 8 m~15 m。

5.5.1.3 防鸟装置

原标准中未考虑防鸟。实际工作中，采样时鸟粪落入集尘缸，溶于收集液，无法清理，导致样品废弃，见图 6。本标准建议在林区、公园等鸟类聚集处布设点位时设置防鸟环，引用 ISO-DIS 4222-2-80《空气质量 大气降尘的测量 水平沉积缸法》中防鸟环的设计，具体制作方式在本标准的规范性附录 A 中体现，用惰性、防腐蚀金属丝制成金属环，支撑在高出集尘缸口 10 cm 的平面上，环直径为 40 cm，见图 7、图 8。



图 6 集尘缸中的鸟粪

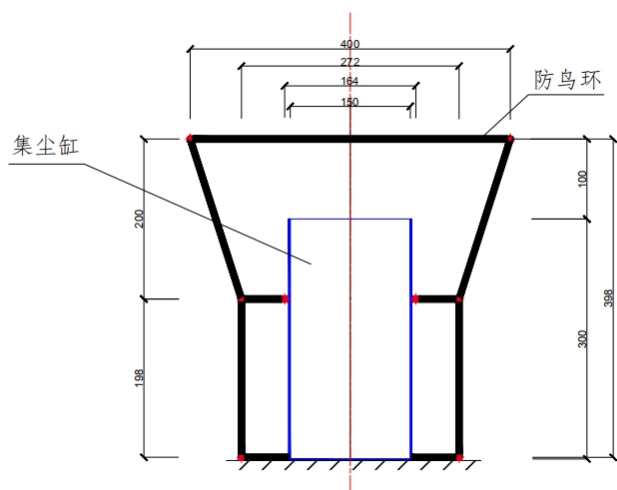


图 7 防鸟环正视图

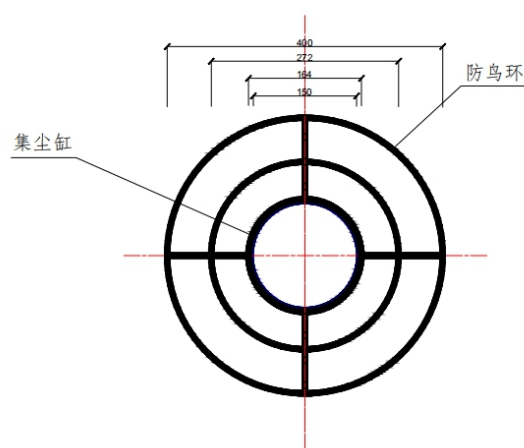


图 8 防鸟环俯视图

5.5.2 准备工作

5.5.2.1 干法、湿法采样对比

原标准采用乙二醇水溶液做收集液，属于湿法采样。通过查阅国外相关标准，ASTM 标准 D1739-98《降尘的采样与测定标准（可沉降颗粒物）》，采样时无收集液，属于干法采样。

为了考察干法和湿法这 2 种不同采样方式对降尘采集量的影响，在高度均为 10 m 的 A、B、C 和 D 4 个采样点分别设置 1 组（包括 1 个干法采样的集尘缸、1 个乙二醇水溶液做收集液的湿法采样的集尘缸）集尘缸，同时采集样品；采集一个月之后，按照《环境空气 降尘的测定 重量法》（GB/T 15265-94）测定，结果见表 11。

表 11 干法、湿法采集降尘量对比

单位：t/km²·30 d

点位名称	周期 1			周期 2		
	干法	湿法	干法占湿法采集量百分比 (%)	干法	湿法	干法占湿法采集量百分比 (%)
A	5.2	9.3	55.9	4.3	6.9	62.3
B	4.4	6.8	64.7	3.0	5.5	54.5
C	5.9	8.1	72.8	2.8	5.9	47.5
D	4.2	8.5	49.4	5.3	7.2	73.6

由结果可知，干法采集量占湿法采集量的 47.5%~73.6%。这与其他研究结果较为一致 [24,27-29]。这是由于干法已采集到的样品容易在缸内二次扬尘，造成样品的损失，而湿法则不存在这种情况。因此湿法采样更具有代表性。因此，可通过增加收集液和水的加入量等方式来保证样品采集全程为湿法采样。

此外，干法和湿法采样结果差异受季节、气候等多方面的影响。多雨季节，由于干法采样的集尘缸内会存有降水，两者结果差异小。但如果是高温且多雨，这种干法由于没有防腐措施，样品很容易腐败或长藻，造成采样失败，样品废弃。

综上所述，本标准仍延续原标准的湿法采样。

5.5.2.2 收集液的选择

原标准中选择乙二醇为收集液。根据国外标准 ISO-DIS 4222-2-80《空气质量 大气降尘的测量 水平沉积缸法》，使用乙二醇甲醚作为收集液。乙二醇、乙二醇甲醚性质见表 12，考虑到乙二醇甲醚沸点比乙二醇低，在后续的分析过程中会缩短蒸发和烘干时间，将二者进行对比实验，确定更适合的收集液。

表 12 乙二醇、乙二醇甲醚性质对比

试剂名称	乙二醇	乙二醇甲醚
CAS	107-21-1	109-86-4
分子式	C ₂ H ₆ O ₂	HOCH ₂ CH ₂ OCH ₃

试剂名称	乙二醇	乙二醇甲醚
外观与性状	无色、粘稠液体	无色、具醚气味液体
沸点	197.4℃	124~125℃
熔点	-12.6℃	-86.5
溶解性	与水任意比例混合	混溶于水
毒性	有毒	有毒

乙二醇和乙二醇甲醚分别做为收集液在 A、B、C、D 4 个点位共进行了 2 次对比实验，第一次为 2018 年 7 月（夏季），第二次为 2018 年 9 月（初秋），数据见表 13。

第 1 次对比实验：在 A、B、C 和 D 4 个采样点分别设置 1 组集尘缸，包括 1 个按 1:20（V/V）添加乙二醇甲醚 25 ml，水 475 ml 的集尘缸、1 个乙二醇 60 ml，水 150 ml 的集尘缸。实验时间为 2018 年 7 月，夏季、雨季、降水量大，收集的雨水使缸内乙二醇和乙二醇甲醚的浓度均大幅降低。由表 13 中 7 月份的降尘收集量可以看出，添加乙二醇甲醚的集尘缸收集到的降尘高于添加乙二醇的集尘缸。这是由于添加浓度在 1:20（V/V）时，乙二醇甲醚的防腐性较乙二醇差，导致采样期间缸内藻类大量繁殖和其他树叶等杂物腐败，使收集液变质较为严重，呈现出绿色，见图 9 所示，且这些细小的藻类和腐败物无法清除；而添加乙二醇的集尘缸中变质现象较轻或未变质。

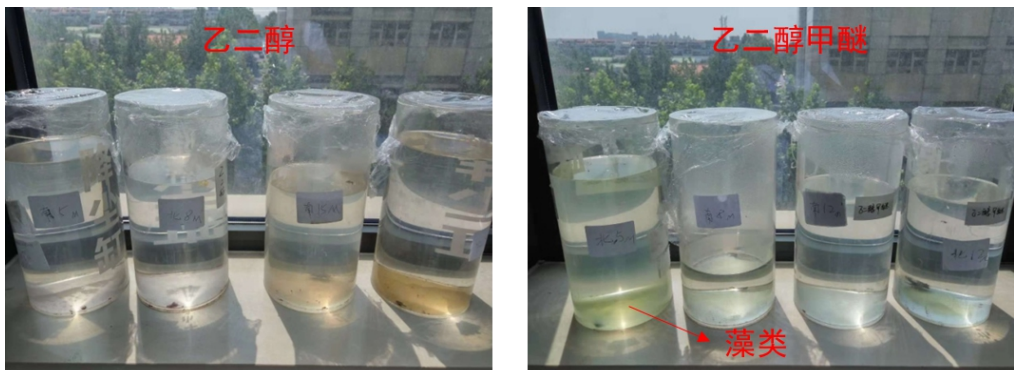


图 9 乙二醇和乙二醇甲醚的集尘效果对比（采样时间：2018 年 7 月）

第 2 次对比实验：在 A、B、C 和 D 4 个采样点分别设置 1 组集尘缸，包括 1 个乙二醇甲醚 60 ml，水 150 ml 的集尘缸、1 个乙二醇 60 ml，水 150 ml 的集尘缸。实验时间为 2018 年 9 月，初秋，由于北方气候干燥，空气湿度小，样品回收时，以乙二醇甲醚做收集液的集尘缸内液体均已蒸发殆尽（图 10 中①、②和③号集尘缸），添加乙二醇做收集液的集尘缸内仍然湿润（图 10 中④和⑤号集尘缸）。而由表 13 中 9 月份降尘收集量可以看出，以乙二醇水溶液做收集液的降尘采集量明显高于乙二醇甲醚，这是由于在这个采样周期中，乙二醇甲醚做收集液的采样，前一段时间为湿法采样，当收集液干涸后，后一段时间等同于干法采样，造成了样品的损失。由此推断，同样浓度下，乙二醇甲醚保湿性较差。

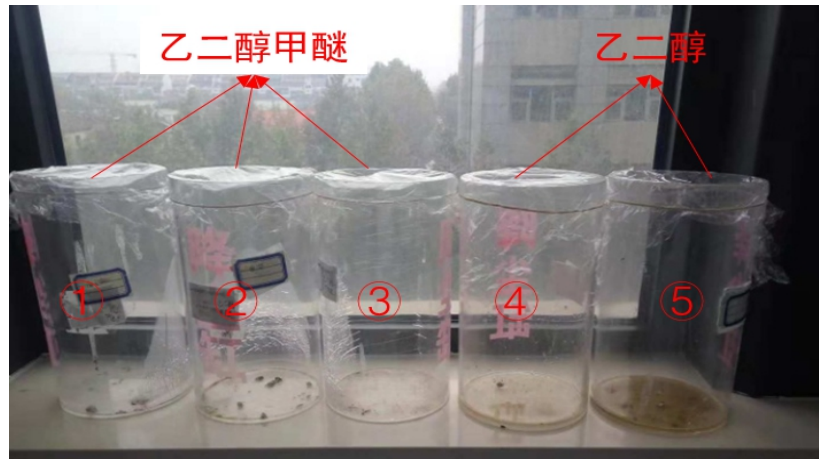


图 10 乙二醇和乙二醇甲醚的集尘效果对比（采样时间：2018 年 9 月）

表 13 乙二醇、乙二醇甲醚样品采集量对比

单位：t/km²·30 d

点位	7 月		9 月	
	乙二醇	乙二醇甲醚	乙二醇	乙二醇甲醚
A	5.5	5.9	11.4	8.2
B	4.8	5.3	5.4	3.6
C	3.5	4.2	—	4.4
D	—	—	6.9	—

注：7 月份 D 点位 2 种收集液均长出片状菌落，无法测试。9 月份 C、D 点位收集液内落入鸟粪，且溶于液体，无法取出，采样失败。

综上，本标准保留原标准以乙二醇为收集液的湿法采样。

5.5.3 样品的收集

5.5.3.1 集尘缸面积及采样天数条件实验

在实际工作中，是否可以通过增加集尘缸截面积、减少样品采集时间，得到与正常采样具有可比性的实验结果，本次修订进行了相关研究。选取 3 种不同型号的集尘缸，分别为标准集尘缸（D=15 cm，H=30 cm）、中号集尘缸（D=20 cm，H=40 cm）、大号集尘缸（D=25 cm，H=50 cm）用于样品采集。

（1）本实验室选择一较开阔的采样点，该点符合采样点的设置要求，通过增加集尘缸的截面积、减少采样时间的方式采集平行样品，按照《环境空气 降尘的测定 重量法》（草案）的规定分析样品，数据见表 15。

表 15 本实验室集尘缸面积和采样天数对比数据

集尘缸型号	标准集尘缸 (D=15 cm, H=30 cm)		中号集尘缸 (D=20 cm, H=40 cm)		大号集尘缸 (D=25 cm, H=50 cm)	
乙二醇加入量	60 ml		102 ml		174 ml	
水加入量	200 ml		340 ml		580 ml	
采样日期及天数	3.29~4.14, 采 16 d		3.29~4.14, 采 16 d		3.29~4.8, 采 10 d	
采样后收集液状态	<input checked="" type="checkbox"/> 湿润 <input type="checkbox"/> 干涸		<input checked="" type="checkbox"/> 湿润 <input type="checkbox"/> 干涸		<input checked="" type="checkbox"/> 湿润 <input type="checkbox"/> 干涸	
空白测定值 (g)	0.0010		0.0017		0.0030	
降尘量 (t/km ² ·30 d)	13.0	13.4	12.9	12.8	12.6	14.4
乙二醇厂家、规格、纯度	天津市光复精细化工研究所、500 ml/瓶、优级纯					
天气及特殊情况备注	监测期间天气多为晴，偶有雨，但降水量不太，风力通常 4 级以下，仅 3 月 30 日风力为 5~6 级。 特殊天气：4 月 5 日扬沙。					

(2) 北京市生态环境监测中心也受邀进行了相关研究的对比实验，在标准集尘缸内加入 A ml 乙二醇，B ml 水，连续采样 30 d；中号集尘缸内加入 1.8 倍 A ml 乙二醇，1.8 倍 B ml 水，连续采样 24 d；大号集尘缸内加入 2.8 倍 A ml 乙二醇，2.8 倍 B ml 水，连续采样 18 d。乙二醇的加入量 A 依据《环境空气 降尘的测定 重量法（草案）》中要求，水的加入量 B 视当地的季节及气候等情况而定。每个型号集尘缸平行采集 2 个样品，间距至少为 1 m，数据见表 16。

表 16 北京市生态环境监测中心集尘缸面积和采样天数对比数据

集尘缸型号	标准集尘缸 (D=15 cm, H=30 cm)		中号集尘缸 (D=20 cm, H=40 cm)		大号集尘缸 (D=25 cm, H=50 cm)	
乙二醇加入量	60 ml		108 ml		168 ml	
水加入量	100 ml		180 ml		280 ml	
采样日期及天数	6.17~7.17, 采 30 d		6.17~7.11 采 24 d		6.17~7.5 采 18 d	
采样后收集液状态	<input checked="" type="checkbox"/> 湿润 <input type="checkbox"/> 干涸		<input checked="" type="checkbox"/> 湿润 <input type="checkbox"/> 干涸		<input checked="" type="checkbox"/> 湿润 <input type="checkbox"/> 干涸	
空白测定值 (g)	0.0045	0.0043	0.0072	0.0079	0.0113	0.0128
降尘量 (t/km ² ·30 d)	4.5	3.4	3.8	3.7	2.4	1.8
乙二醇厂家、规格、纯度	天津市光复精细化工研究所、500 ml 瓶、优级纯					
极端天气及特殊情况备注	6 月 17 日夜间大雨；7 月 5 日上午雷阵雨+下午暴雨； 7 月 6 日夜间大雨；7 月 10 日大雨；7 月 17 日凌晨暴雨					

根据天津、北京的两组数据，当采样期间天气状况比较稳定，无较大波动时，增加集尘

缸截面积、减少样品采集时间，可以得到与正常采样具有可比性的实验结果。但当天气状况波动较大时，该方式无法得到与正常采样具有可比性的实验结果。因此，为保障数据的代表性，使其能够真实的反映区域的降尘含量水平，本标准仍保留原标准的采样时间（30±2）d。原标准规定“取换缸的时间规定为月底5d内完成”，为了避免与采样时间（30±2）d产生歧义，本标准删除该内容。

5.5.3.2 采样天数条件实验

在实际工作中，是否可以通过分段采样、采样总时长不变，得到与正常采样具有可比性的实验结果，本次修订也进行了相关研究。

(1) 本实验室选择6个采样点位，每个点位采集2组样品。其中1组采集3个周期样品，分别为4月29日至5月8日（10d）、5月9日至5月18日（10d）、5月19日至5月28日（10d），取走前一采样周期样品的同时，放置下个采样周期的集尘缸，保障采样过程连续不间断，3个采样周期的样品分别测定，计算后加和为5月降尘量。另1组连续采样，采样时间为4月29日至5月28日（30d），直接计算5月降尘量，数据结果见表17。

表 17 分段采样与连续采样数据对比

单位：t/km²·30 d

点位	分段采样 5 月测定值				连续采样 5 月测定值	分段采样/连续采样测定值 (%)
	5 月上旬	5 月中旬	5 月下旬	5 月测定值		
A	3.4	4.0	4.3	11.7	7.0	167
B	2.6	5.0	3.8	11.4	9.4	121
C	7.1	3.8	2.9	13.8	10.2	135
D	5.6	6.6	5.1	17.3	11.0	157
E	2.5	4.5	3.4	10.4	9.2	113
F	5.4	5.4	4.7	15.5	11.2	138

各采样周期全程为湿法采样，根据实验室结果，各点位分段采样结果均高于连续分段采样结果，分段采样/连续采样测定值的百分率最高可达到167%，这是由于在降尘不是很高的月份，分段采样每次采集的样品量更少，这种较低的样品量水平，无论是在样品转移还是样品称量都更容易引入实验误差，而且分3段采样，这样的误差在同一个月反复引入了3次，因此，分段采样的数值均高于连续采样值。

(2) 考虑到干旱蒸发量大的地区，查阅了新疆降尘的相关资料。根据《塔克拉玛干沙漠腹地沙尘气溶胶质量浓度的观测研究》和新疆环境监测网络降尘监测数据库，自治区气象局乌鲁木齐市沙漠气象研究所在2009年1月至2012年6月在和田民丰县、策勒县、若羌县、轮台县、库尔勒市、喀什地区气象站观测场内进行大气自然降尘样品采集，平时按月监测，沙尘高发季按旬监测，由于供试区极端干燥，蒸发量很大，故采用干法收集降尘。自治区环境监测网络在城市和县城降尘监测，按月开展监测，利用两组数据进行比对，分析按旬监测和按月监测的差异^[33]。自治区气象局乌鲁木齐市沙漠气象研究所的监测数据见表18至表23。

表 18 民丰县降尘旬监测和月监测结果对比

单位: t/km²·30 d

民丰县	旬监测	合计降尘量	月监测	倍数
2010.03 上	105	388	332	1.2
2010.03 中	147			
2010.03 下	136			
2010.04 上	94.9	484	268	1.8
2010.04 中	312			
2010.04 下	76.8			
2010.05 上	188	783	474	1.7
2010.05 中	359			
2010.05 下	236			

表 19 轮台县降尘旬监测和月监测结果对比

单位: t/km²·30 d

轮台县	旬监测	合计降尘量	月监测	倍数
2010.04 上	163	375	88.5	4.2
2010.04 中	127			
2010.04 下	85.0			
2010.05 上	232	510	79.3	6.4
2010.05 中	169			
2010.05 下	110			
2012.04 上	39.0	162	44.6	3.6
2012.04 中	41.4			
2012.04 下	82.0			

表 20 策勒县降尘旬监测和月监测结果对比

单位: t/km²·30 d

策勒县	旬监测	合计降尘量	月监测	倍数
2012.03 上	276	519	430	1.2
2012.03 中	79.3			
2012.03 下	163			
2012.04 上	171	672	312	2.2
2012.04 中	327			
2012.04 下	173			
2012.05 上	249	1.81×10 ³	362	5.0
2012.05 中	444			

策勒县	旬监测	合计降尘量	月监测	倍数
2012.05 下	1.12×10 ³			

表 21 若羌县降尘旬监测和月监测结果对比

单位: t/km²·30 d

若羌县	旬监测	合计降尘量	月监测	倍数
2010.03 上	44.0	158	149	1.1
2010.03 中	48.0			
2010.03 下	65.7			
2010.05 上	41.6	189	118	1.6
2010.05 中	47.7			
2010.05 下	100			

表 22 库尔勒市降尘旬监测和月监测结果对比

单位: t/km²·30 d

库尔勒市	旬监测	合计降尘量	月监测	倍数
2011.03 上	27.0	124	24.5	5.1
2011.03 中	80.3			
2011.03 下	17.1			
2011.05 上	65.1	143	20.2	7.1
2011.05 中	41.1			
2011.05 下	37.1			
2012.5 上	29.1	112	44.6	2.5
2012.5 中	52.8			
2012.5 下	30.5			

表 23 喀什降尘旬监测和月监测结果对比

单位: t/km²·30 d

喀什市	旬监测	合计降尘量	月监测	倍数
2011.05 上	459	1.98×10 ³	93.8	21.1
2011.05 中	1.15×10 ³			
2011.05 下	376			
2012.03 上	11.0	59.3	70.0	0.8
2012.03 中	30.8			
2012.03 下	17.5			
2012.05 上	94.2	222	88.2	2.5

喀什市	旬监测	合计降尘量	月监测	倍数
2012.05 中	31.6			
2012.05 下	96.7			

从表 18 至表 23 可以看出,在沙尘高发季节,降尘旬监测结果往往高于月监测,实际上,扬沙或沙尘暴开始时,空中含尘量很大,风暴过后,风速减小,含尘量也随之减少,最后转为浮尘。一般沙尘暴短则数小时,长则 2 d~3 d;扬沙持续时间稍长。此外,由于沙漠地面温度升降剧烈,空气对流旺盛,局部的阵性扬沙时常发生这种“阵发性”扬尘使各时期(日、旬)的降尘量明显不同^[33]。

根据天津的数据和新疆的相关文献,分段采样无法得到与正常采样具有可比性的实验结果,因此,本标准仍保留原标准的连续采样。

5.5.4 样品收集过程收集液的最低量

为了保障样品收集全过程为湿法采样,当收集液为最低加入量(60 ml 乙二醇、50 ml 水)的一半时,应补充收集液,本标准增加“在样品收集过程中,如缸内收集液低于 0.3 cm,应适当补充乙二醇水溶液”,以保证全程为湿法采样。

5.5.5 样品保存

原标准未提及样品保存,本标准根据实际工作的需要,增加“样品保存”章节。

样品采集后应尽快分析,如不能当天分析需要保存,应在接收后将样品按标准步骤(10.2.1)进行转移后,并补加 0.5 ml 乙二醇,增强其保湿防腐效果,并用保鲜膜覆盖烧杯口,以防保存期间有异物落入。样品 7 d 内分析即可。

在 6 个点位采集平行样品,实验室接收样品后,一个样品立即分析,另一样品按上述方法于保存 7 d 分析,测定结果见表 24。

表 24 降尘样品直接分析和保存 7 d 测定值的对比

单位: t/km²·30 d

序号	直接分析 样品	保存 7 d 平行样品	相对偏差 (%)	序号	直接分析 样品	保存 7 d 平行样品	相对偏差 (%)
1	8.0	7.2	-5.3	4	11.7	11.3	-1.7
2	5.7	6.3	5.0	5	4.9	4.8	-1.1
3	14.5	15.2	2.3	6	8.7	9.0	1.7

根据上表,平行样品测定值虽有差别,但属于随机误差,而非系统误差,是平行采样及分析过程的正常误差,不是由于样品保存造成的。

5.6 分析步骤

5.6.1 瓷坩埚的准备

原标准“瓷坩埚放入干燥器内，冷却 50 min”，本标准为了更符合客观情况，节约分析时间，修改为“瓷坩埚放入干燥器内，冷却至室温”后，进行称量。

5.6.2 降尘总量的测定

5.6.2.1 实验用具

原标准中在处理样品时使用淀帚擦洗缸壁，用光洁的镊子将落入缸内的树叶、昆虫等异物取出。手动去除干扰物受实验人员主观影响比较大，一些较小的干扰物如柳絮、昆虫脚等很难肉眼识别以及人工去除，淀帚的有效面积小，实验过程耗时且效果不佳。

本标准修改为：用光洁的镊子将落入缸内的树叶、昆虫等大块异物取出，并用水将附着在上面的细小尘粒冲洗下来。用软质硅胶刮刀把缸壁清洗干净，将缸内溶液和尘粒通过孔径为 1 mm（18 目）金属筛，全部转入 500 ml 烧杯中，用水将金属筛上物进行冲洗，将所附着细小尘粒冲洗下来后，将筛上异物扔掉。另外，金属筛也可以设计一个与 500 ml 烧杯配套的专用滤网筛。

5.6.2.2 降尘总量中可燃物的测定

经查阅国内外相关控制标准，尚未找到降尘总量中可燃物的管理控制要求。查阅文献，也未找到降尘总量中可燃物的相关研究。但考虑到部分省市环境监测单位以及科研单位从事降尘总量中可燃物的相关科研工作，因此，本标准对降尘总量中可燃物的测定内容上不做修改，以资料性附录的形式放在了标准文本后面，使得文本主体结构更为简洁，重点突出。

5.7 空白试验

由于不同品牌的乙二醇试剂空白值差距较大，应每批次样品测定空白值，在计算中予以扣除。原标准在“降尘总量中可燃物的测定”中规定了降尘总量的空白试验，本标准将“空白试验”独立成章，使其内容更突出、明显，规定了空白试验的分析步骤，“将与采样操作等量的同批次乙二醇水溶液，放入 500 ml 的烧杯中。按照与降尘总量的测定相同的步骤进行实验室空白试样的制备，称量至恒重后，减去瓷坩埚的重量 W_0 ，得到 W_c ”。

5.8 结果计算与表示

原标准中规定“降尘量为单位面积上单位时间内从大气中沉降的颗粒物的质量。其计量单位为每月每平方公里面积上沉降的颗粒物的吨数（即 $t/km^2 \cdot 30 d$ ）”，由于“ $t/km^2 \cdot 30 d$ ”本身就能显示出降尘量的含义，本标准中删去降尘量的文字解读，使内容更简洁。

原标准中“结果要求保留一位小数”，本标准修改为“测定结果小数点后保留位数与方法检出限一致，最多保留三位有效数字”，增加了对最多位数的要求。

5.9 质量保证和质量控制

原标准提到“对实验室发放统一样品，进行精密度、准确度的测定”，但是未提及统一样品是什么？如何获得统一样品？这在实际工作中无指导意义。

由于降尘的采集过程受诸多因素的影响，很难获得可以用于比对的样品，建议仅对实验室环节进行精密度和准确度的控制。

5.9.1 土壤样品做模拟降尘样品

根据大气降尘粒径分布的相关文献可知,大气降尘中小于 50 μm 的颗粒占 70%~98%^[31], 小于 63 μm 的颗粒占 83%~82%^[32], 因此, 推荐 200 目 (74 μm 以下) 的土壤用于模拟降尘样品, 对空白集尘缸进行加标。

制备过程: 采集无污染或污染较少的背景土, 手工去除石块、木块, 风干后研磨过 200 目筛, 制得一份约为 200 g 的样品, 备用。

实验过程: 称量 0.1 g~0.2 g (精确到 0.1 mg) 样品, 在 (105 \pm 5) $^{\circ}\text{C}$ 下, 烘箱内烘 50 min, 取出放入干燥器内, 冷却至室温, 称重。再烘 50 min, 冷却, 再称量, 直至恒重, 此值为样品标准值 W_0 ; 将该样品放入添加了乙二醇水溶液的集尘缸内, 按照收集液处理步骤进行处理, 如图 11, 对坩埚进行称重, 此时重量记为 W_1 , 为样品测定值。通过此法对精密度、准确度进行评价。本实验室测试结果, 见表 26。



图 11 烘干后的坩埚

表 26 土壤样品模拟质控过程结果

模拟降尘量	称取量 (g)	测定值 (g)	回收率 (%)
约 6.0 t/km ² ·30 d	0.1021	0.1009	98.8
	0.1045	0.1072	103
约 12.0 t/km ² ·30 d	0.1959	0.2123	108
	0.2057	0.1981	96.3

按照建议方法进行质控, 尘土的回收率较高, 在 96.3%~108%, 说明该方法可行。

5.9.2 屋檐土做模拟降尘样品

考虑到土壤样品虽然粒径满足要求, 但成分与降尘会有所不同, 特意收集房顶上的尘土做模拟降尘样品进行回收率实验, 实验结果见表 27。

表 27 屋檐土模拟质控过程结果

模拟降尘量	称取量 (g)	测定值 (g)	回收率 (%)
约 6.0 t/km ² ·30 d	0.1000	0.1024	102

模拟降尘量	称取量 (g)	测定值 (g)	回收率 (%)
	0.1008	0.0995	98.7
约 18.0 t/km ² ·30 d	0.3000	0.2913	97.1
	0.2993	0.2981	99.6
约 42.0 t/km ² ·30 d	0.7000	0.6907	98.7
	0.6973	0.6986	100

房顶上的尘土做模拟降尘样品测定结果与土壤样品无显著差异,为了方便各实验室在实际工作中制备模拟样品,建议使用比较容易获取的土壤样品。

5.9.3 实验室内质控

原标准未对空白样品数量和空白加标回收率做出规定,本标准规定“每批样品应至少做两个空白试样”,且根据上述实验数据确定“每批样品测定时,应以空白加标的形式至少分析一个实验室内质控样品,其回收率为90%~110%”。

5.10 注意事项

(1)原标准未对平行样品的采集做出规定。但在实际工作中,我国从2017年一直开展的国家网2+26个城市空气质量考核工作中,降尘就已经采取了平行双样的采集方式。考虑到样品采样的周期较长,而采样过程又很有可能由于人为因素、夏季多雨、乙二醇干涸、集尘缸破损、采集到无法剔除的异物等情况造成样品废弃,一旦出现废弃情况,该点位数据缺失,无法弥补,不利于环境空气质量的评价以及考核。因此,本标准增加“根据需要,可考虑样品采集平行双样”,但不强制执行,这大大减少了采样失败、样品废弃的可能性,保障了数据完整性,有利于环境管理工作。

(2)本标准在原标准基础上增加“平行测定值的计算:当样品无法真实反映客观情况时,如无法剔除的异物、集尘缸倒伏、人为因素等,该测定值舍去,应在原始记录上注明原因。否则,平行测定值以算术平均值计”的说明,用于指导实际工作。

(3)由于乙二醇水溶液具有防止冰冻的作用,当冬天采集降尘样品时,应注意乙二醇浓度及冰点的关系,注意调整乙二醇的用量,保证收集液不冰冻。

(4)考虑到新疆、青海等干旱蒸发量大的地区,在进行野外长期降尘观测中,采用湿法收集降尘存在较高的难度,因此,可进行干法采样,可通过添加玻璃珠的方式来提高采样效率。通过查阅文献,常见的玻璃珠直径为12 mm,因此,本标准增加“干旱蒸发量大的地区无法保证采样周期内全程为湿法采样,采样时可在集尘缸底部铺一层直径为12 mm的玻璃珠,并在原始记录中对采样方式予以说明”。

6 方法验证

6.1 方法验证方案

6.1.1 验证单位及验证人员情况

依照《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，分别为北京市环境保护监测中心、生态环境部华南环境科学研究所、天津市环科检测技术有限公司、新疆维吾尔自治区环境监测总站、四川省生态环境监测总站、浙江省环境监测中心。

表 28 参加验证的人员情况登记表

单位	姓名	性别	年龄	职务或职称	所学专业	从事相关分析 工作年限
北京市环境保护监测中心	陆皓昀	男	33	工程师	生物工程	11
	杨 柳	女	37	工程师	应用化学	11
生态环境部华南环境科学研究所	陈桂华	女	53	工程师	化学教育	34
	林芷君	女	25	助理工程师	食品营养与检测	3
	陈晓燕	女	38	工程师	环境工程	16
天津市环科检测技术有限公司	李 莹	女	34	工程师	环境工程	9
	王乃丽	女	46	高级工程师	分析化学	23
	杨 云	女	30	工程师	制药工程	7
	杨 卉	女	32	工程师	高分子材料与工程	10
新疆维吾尔自治区环境监测总站	阿加古丽·赛依提	女	38	高级工程师	食品科学	15 年
	古丽娜尔·艾合坦木	女	36	工程师	环境工程	9 年
	刘 喜	男	34	助理工程师	应用化学	10 年
	宋艾琳	女	25	助理工程师	化学工程	新进人员
四川省生态环境监测总站	赵云芝	女	39	高级工程师	分析化学	13 年
	庞妍娇	女	26	助工	分析化学	1 年
	万 燕	女	26	助工	化 学	1 年
浙江省环境监测中心	王 玲	女	34	工程师	环境工程	11 年
	朱国华	男	37	高级工程师	农药学	12 年
	李沐霏	女	30	工程师	分析化学	4 年

6.1.2 方法验证具体方案

- (1) 选取从房顶上收集的尘土模拟降尘，作为方法验证工作的实际样品。
- (2) 6 家实验室使用的仪器设备品牌、试剂的品牌各不相同，尽量覆盖常见品牌。
- (3) 检出限的验证：各验证实验室对空白样品进行不少于 7 次平行测定，计算方法检出限。

(4) 精密度的验证: 各验证实验室对 3 种降尘量水平的模拟样品分别平行测定 6 次, 计算相对标准偏差。

(5) 准确度的验证: 各验证实验室对 3 种降尘量水平的模拟样品分别平行测定 6 次, 计算回收率。

6.2 方法验证过程及结论

考虑到样品采集受地域影响差异较大, 此次验证单位的选择覆盖南北地域, 以及新疆具有特殊气象情况的地区, 各验证单位按照本标准准备实验用品。在方法验证前, 参加验证的操作人员均熟悉和掌握方法原理、操作步骤及流程。方法验证过程中所用的试剂和材料、仪器和设备及分析步骤均符合方法相关要求。2019 年 6 月~2019 年 9 月, 各实验室完成了方法验证并提交了方法验证报告。《方法验证报告》见附件。

(1) 方法检出限

6 家实验室对空白样品 (60ml 乙二醇及 50ml 蒸馏水加入降尘缸) 进行 7 次平行测定, 检出限分别为 0.3 t/km²·30 d, 0.2 t/km²·30 d, 0.1 t/km²·30 d, 0.2 t/km²·30 d, 0.3 t/km²·30 d, 0.1 t/km²·30 d; 测定下限分别为 1.2 t/km²·30 d, 0.8 t/km²·30 d, 0.4 t/km²·30 d, 0.8 t/km²·30 d, 1.2 t/km²·30 d, 0.4 t/km²·30 d。

(2) 准确度

6 家实验室对从房顶屋檐上收集的尘土 0.1000 g, 0.3000 g, 0.7000 g 3 种模拟降尘样品各 6 份进行测定, 0.1000 g 模拟样品测定空白加标回收率范围分别为: 91.7%~97.9%, 96.6%~97.6%, 97.3%~98.1%, 90.7%~95.9%, 95.9%~102%, 99.4%~102%; 0.3000 g 模拟样品测定空白加标回收率范围分别为: 93.2%~95.7%, 96.2%~99.8%, 96.9%~97.9%, 99.9%~101%, 97.3%~104%, 94.3%~100%; 0.7000 g 模拟样品测定空白加标回收率范围分别为: 95.6%~101%, 97.7%~99.0%, 97.7%~99.0%, 101%~102%, 95.3%~101%, 98.5%~101%。

(3) 精密度

6 家实验室对从房顶屋檐上收集的尘土 0.1000 g, 0.3000 g, 0.7000 g 3 种模拟降尘样品各 6 份进行测定, 0.1000g 模拟样品相对标准偏差范围为 0.2%~4.9%; 0.3000g 模拟样品相对标准偏差范围为 0.3%~2.2%; 0.7000g 模拟样品相对标准偏差范围为 0.4%~2.1%。

6 家实验室验证结果表明, 方法的检出限、测定下限、方法准确度和精密度能够满足方法特性指标要求。

7 本标准与原标准的差异说明

本标准与原标准的具体差异说明见表 29。

表 29 本标准与原标准的具体差异

内容	原标准	本标准	变化	说明
适用范围	1.2 适用范围 适用于测定环境空气中可沉降	适用于测定环境空气中的降尘。	简化阐述。	见编制说明

内容	原标准	本标准	变化	说明
	的颗粒物。			5.2.1
	1.1 主题内容 本标准规定了降尘测定方法。 本标准采用乙二醇水溶液做收集液的湿法采样，用重量法测定环境空气中的降尘。	规定了测定环境空气中降尘的重量法。	简化阐述，使测定方法清晰明了。	见编制说明 5.2.1
	1.2 适用范围 方法的检测限为0.2 t/km ² ·30 d。	本标准测定降尘的方法检出限为0.3 t/km ² ·30 d，测定下限为1.2 t/km ² ·30 d。	修改方法检出限，增加测定下限。	见编制说明 5.2.3
规范性引用文件	无	本标准引用了下列文件或其中的条款。凡是不注日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。 HJ 194 环境空气质量手工监测技术规范 HJ 664 环境质量监测点位布设技术规范	增加规范性引用文件。	—
术语和定义	大气降尘：大气降尘是指在空气环境条件下，靠重力自然沉降在集尘缸中的颗粒物。	降尘（dustfall）： 在环境条件下，靠重力自然沉降的颗粒物。	修改了降尘的定义，更准确。	—
干扰和消除	10 注意事项 10.1 大气降尘系指可沉降的颗粒物，故应除去树叶、枯枝、鸟粪、昆虫、花絮等干扰物。	树叶、枯枝、鸟粪、昆虫、花絮等会对测定产生干扰，样品测定过程中应去除。	无本质变化，内容独立成章，更突出。	—
仪器和设备	集尘缸：内径15±0.5 cm，高30 cm的圆筒形玻璃缸。缸底要平整。	集尘缸：内径（15±0.5）cm，高30 cm的圆筒形缸，材质为有机玻璃、玻璃或陶瓷，缸底要平整，缸内壁光滑，如有磨损，应立即更换。	增加了集尘缸材质的选择，对集尘缸的使用做出了更具体的要求。	见编制说明 5.4.1
	无	金属筛：孔径1 mm。	增加金属筛。	见编制说明 5.4.2
	无	软质硅胶刮刀。	增加软质硅胶刮刀。	见编制说明 5.4.3
	无	烘箱。 一般实验室常用仪器和设备。	原标准遗落，本标准补充。	见编制说明 5.4.4

内容		原标准	本标准	变化	说明
样品的采集	采样点的设置	普通的采样点一般设在矮建筑物的屋顶，或根据需要也可以设在电线杆上。	采样点一般设在矮建筑物的屋顶。	删除在电线杆上布点。	见编制说明 5.5.1.1
		采样点附近不应有高大建筑物，并避开局部污染源。	采样点周围水平面应保证有270°以上的捕集空间，不能有阻碍空气流动的高大建筑、树木或其他障碍物，并避开局部污染源；如果采样口一侧靠近建筑，采样口周围水平面应有180°以上的自由空间。从采样口到附近最高障碍物之间的水平距离，应为该障碍物与采样口高度差的2倍以上，或从采样口到建筑物顶部与地平线的夹角小于30°。	细化采样点布设技术要求。	见编制说明 5.5.1.1
		集尘缸放置高度应距离地面5~12 m。	集尘缸放置高度应距离地面8 m~15 m，即普通住宅3~5层。	调整采样高度。	见编制说明 5.5.1.2
		在某一地区，各采样点集尘缸的放置高度应尽力保持在大致相同的高度。如放置在屋顶平台上，采样口应距平台1~1.5 m，以避免平台上扬尘的影响。	在同一地区，各采样点集尘缸的放置高度应尽可能保持一致。如放置在屋顶平台上，采样口离建筑物墙壁、屋顶等支撑物表面的距离应大于1 m，距平台1 m~1.5 m，避免支撑物及平台上扬尘的影响。	细化采样点布设技术要求。	见编制说明 5.5.1.1
		无	在林区、公园等鸟类聚集处布设点位时，可根据需要设置防鸟环，防鸟环设计见附录A。	增加防鸟环设计。	见编制说明 5.5.1.3
		在清洁区设置对照点。	无	删除清洁对照点。	见编制说明 5.5.1.1

内容		原标准	本标准	变化	说明
样品的采集	准备工作	集尘缸在放到采样点之前，加入 60~80 ml 乙二醇，以占满缸底为准，加水量视当地的季节及气候等情况而定。譬如：冬季和夏季加 50 ml，其他季节可加 100~200 ml。加好后，罩上塑料袋，直到把缸放在采样点的固定架上再把塑料袋取下，开始收集样品。记录放缸地点、缸号、时间（年、月、日、时）。	集尘缸在放到采样点之前，加入 60 ml~80 ml 乙二醇，以占满缸底为准，干旱蒸发量大的地区可酌情增加乙二醇加入量，加水量视当地的季节及气候等情况而定。加好溶液后，做好防尘，并记录。	无本质变化，简化阐述。	见编制说明 5.5.2.2
	样品的收集	按月定期更换集尘缸一次（30±2）d。取缸时应核对地点、缸号、并记录取缸时间（月、日、时）。罩上塑料袋，带回实验室。取换缸的时间规定为月底 5d 内完成。 公式：n—采样天数（精确到 0.1 d）	按月定期更换集尘缸一次（30±2）d，采样记录时间应精确到小时。取缸时应核对地点、缸号，并记录取缸时间（月、日、时），做好防尘，带回实验室。	简化阐述，避免歧义，并将原标准中分散在不同章节的内容合并。	见编制说明 5.5.3
		无	在样品收集过程中，如缸内收集液高度低于 0.3 cm，应适当补充乙二醇水溶液。	增加采样过程中收集液最低量的要求。	见编制说明 5.5.4
样品保存	无	样品采集后应尽快分析，如不能 24 h 内分析，应将样品按步骤（10.2.1）进行转移后，补加 0.5 ml 乙二醇，并用保鲜膜覆盖烧杯口，7 d 内测定。	增加样品保存章节。	见编制说明 5.5.5	
分析步骤	7.1 将瓷坩埚洗净、编号，在 105±5℃ 下，烘箱烘烤 3 h，取出放入干燥器内，冷却 50 min，用分析天平称量，再烘 50 min，冷却 50 min，再称量，直至恒重（两次重量之差小于 0.4 mg），此值为 W ₀ 。	10.1 将瓷坩埚洗净、编号，在（105±5）℃ 下，烘箱烘烤 3 h，取出放入干燥器内，冷却至室温，用分析天平称量，再烘 50 min，冷却至室温，再称量，直至恒重（两次重量之差小于 0.4 mg），此值为 W ₀ 。	由“冷却 50 min”，修改为“冷却至室温”，更符合客观实际。	见编制说明 5.6.1	
	7.2 用淀帚把缸壁擦洗干净，将缸内溶液和尘粒全部转入 500 ml 烧杯中。	10.2.1 用软质硅胶刮刀把缸壁擦洗干净，将缸内溶液和尘粒通过金属筛，全部转入 500 ml 烧杯中，用水反复冲	不再制作和使用淀帚，增加金属筛、软质硅胶刮刀，提	见编制说明 5.6.2.1	

内容	原标准	本标准	变化	说明
		洗截留在金属筛上的异物，将附着在上面的细小尘粒冲洗下来，将筛上异物弃掉。	高实验效率。	
	7.2 将溶液和尘粒全部转移到已恒重的 100ml 瓷坩埚中，放在搪瓷盘里，在电热板上小心蒸发至干（溶液少时注意不要崩溅）。	10.2.2 将溶液和尘粒全部转移到已恒重的瓷坩埚中，放在电热板上缓慢加热至近干（溶液少时防止崩溅）。	无本质区别，阐述更准确。	—
	7.3 降尘总量中可燃物的测定	附录 B 降尘总量中可燃物的测定	将降尘总量中可燃物的测定调至附录，标准主体内容更突出。	见编制说明 5.6.2.2
空白试验	7.3 降尘总量中可燃物的测定将与采样操作等量的乙二醇水溶液，放入 500 ml 的烧杯中，在电热板上蒸发浓缩至 10~20 ml，然后将其转移至已恒重的瓷坩埚内，将瓷坩埚放在搪瓷盘中，再放在电热板上蒸发至干，于 105±5℃ 烘干，按 7.1 条称量至恒重，减去瓷坩埚的重量 W_0 ，即为 W_c 。	10.3 空白试验 将与采样操作等量的同批次乙二醇水溶液，放入 500 ml 的烧杯中。按照与降尘总量的测定相同的步骤进行实验室空白试样的制备，称量至恒重后，减去瓷坩埚的重量 W_0 ，得到 W_c 。	无本质区别，简化阐述，独立成章。	见编制说明 5.7
结果计算与表示	降尘量为单位面积上单位时间内从大气中沉降的颗粒物的质量。其计量单位为每月每平方公里面积上沉降的颗粒物的吨数（即 $t/km^2 \cdot 30d$ ）	无	删去降尘量的文字解读，更简洁。	见编制说明 5.8
	n— 采样天数（精确到 0.1d）。	n— 采样时间（精确到小时），d。	表述更清晰。	—
	结果要求保留一位小数。	测定结果小数点后保留位数与方法检出限一致，最多保留三位有效数字。	增加最多位数的要求。	见编制说明 5.8
准确度	样品 A 的相对误差为-3.1%，样品 B 的相对误差为-1.8%	12.2 家实验室对从房顶上收集的尘土 0.1000 g, 0.3000 g, 0.7000 g 3 种模拟降尘样品各 6 份进行测定，0.1000 g 模拟样品测定空白加标回收率范围分别为： 91.7%~97.9%， 96.6%~97.6%，	根据方法验证报告修改。	见方法验证报告 4

内容	原标准	本标准	变化	说明
		97.3%~98.1%, 90.7%~95.9%, 95.9%~102%, 99.4%~102%; 0.3000 g 模拟 样品测定空白加标回收率范 围分别为: 93.2%~95.7%, 96.2%~99.8%, 96.9%~97.9%, 99.9%~101%, 97.3%~104%, 94.3%~100%; 0.700 0g 模拟样品测定空白 加标回收率范围分别为: 95.6%~101%, 97.7%~99.0%, 97.7%~99.0%, 101%~102%, 95.3%~101%, 98.5%~101%。		
精密度的	重复性相对标准偏差样品 A 为 0.2%~3.5% , 样品 B 为 0.2~2.2%; 再现性相对标准偏差 样品 A 为 2.3%, 样品 B 为 1.0%	12.1 家实验室对从房顶上收 集的尘土 0.1000 g, 0.3000 g, 0.7000 g 3 种模拟降尘样品 各 6 份进行测定, 0.1000 g 模拟样品相对标准偏差范围 为 0.2%~4.9%; 0.3000 g 模拟 样品相对标准偏差范围为 0.3%~2.2%; 0.7000 g 模拟样 品相对标准偏差范围为 0.4%~2.1%。	根据方法验证 报告修改。	见方法 验证报 告 4
质量保证和 质量控制	无	13.1 实验室内质控样品制备 过程: 采集无污染或污染较 少的背景土, 手工去除石块、 木块, 风干后研磨过 200 目 筛, 制得 1 份约为 200 g 的样 品, 备用。使用前应在 (105±5)℃下烘干恒重, 再 称量。 13.2 每批样品应至少做 2 个 空白试样。 13.3 每批样品测定时, 应以 空白加标的形式至少分析 1 个实验室内质控样品, 其回 收率为 90%~110%。	增加质量保 证和质量控 制章节, 使 质控手段 以及评价方 式更具体。	见编制 说明 5.9
注意事项	无	14.1 根据需要, 可考虑样品 采集平行双样。	增加平行双 样, 方便实 际工作。	见编制 说明 5.10

内容	原标准	本标准	变化	说明
	无	14.5 平行测定值的计算：当样品无法真实反映客观情况时，如无法剔除的异物、集尘缸倒伏、人为因素等，该测定值舍去，应在原始记录上注明原因。否则，平行测定值以算术平均值计。	增加平行测定值的计算方式。	见编制说明 5.10
	无	14.6 当冬天采集降尘样品时，需注意调整乙二醇的用量，保证收集液不冰冻。	增加冬季调整乙二醇用量的提示。	见编制说明 5.10
	无	14.7 干旱蒸发量大的地区无法保证采样周期内全程为湿法采样，采样时可在集尘缸底部铺一层直径为 12 mm 的玻璃珠，并在原始记录中对采样方式予以说明。	增加新疆、青海地区的玻璃球法采样。	见编制说明 5.10

8 参考文献

- [1] 张新民,柴发合,孙新章. 大气降尘研究进展[J]. 中国人口·资源与环境, 2008, 18: 658-662.
- [2] 李晋昌,董治宝. 大气降尘研究进展及展望[J]. 干旱区资源与环境, 2010(2): 102-109.
- [3] 常静,刘敏,侯立军,等. 城市地表灰尘的概念、污染特征与环境效应[J]. 应用生态学报, 2007(5): 1155-1160.
- [4] Ziyae A,Karimi A,Hirmas DR, et al. Spatial and Temporal Variations of Airborne Dust Fallout in Khorasan Razavi Province, Northeastern Iran[J]. Geoderma, 2018, 326: 42-55.
- [5] Cattle SR,Mctainsh GH,Elias S. Aeolian Dust Deposition Rates, Particle-sizes and Contributions to Soils Along a Transect in Semi-arid New South Wales, Australia[J]. Wiley-blackwell, 2009, 56(3): 765-783.
- [6] Liu D,Abuduwaili J,Lei J, et al. Deposition Rate and Chemical Composition of the Aeolian Dust From a Bare Saline Playa, Ebinur Lake, Xinjiang, China[J]. Water, Air, & Soil Pollution, 2010, 218(1): 175-184.
- [7] 徐立帅,郑伟,郑新倩,等. 塔里木盆地南缘策勒绿洲荒漠大气降尘特征[J]. 沙漠与绿洲气象, 2018(4): 58-64.
- [8] Nilgün kubilay,Slobodan nickovic,Cyril moulin,等. An illustration of the transport and deposition of mineral dust onto the eastern Mediterranean[J]. Atmospheric Environment, 2000, 34(8): 1293-1303.
- [9] Goossens D. Quantification of the Dry Aeolian Deposition of Dust on Horizontal Surfaces: an Experimental Comparison of Theory and Measurements[J]. Sedimentology, 2005, 52(4): 859-873.
- [10] Mctainsh G. Harmattan Dust Deposition in Northern Nigeria[J]. Nature, 1980, 286(5773): 587-588.
- [11] Offer ZY,Goossens D,Shachak M. Aeolian Deposition of Nitrogen to Sandy and Loessial Ecosystems in the Negev Desert[J]. Journal of Arid Environments, 1992, 23(4): 355-363.
- [12] Goossens D,Z.y. O. Eolian Deposition of Dust Over Symmetrical Hills: an Evaluation of Wind Tunnel Data By Means of Terrain Measurements.[J]. Zeitschrift Für Geomorphologie, 1993, 37: 103-111.
- [13] Hall D,Upton S. A Wind Tunnel Study of the Particle Collection Efficiency of an Inverted Frisbee Used as a Dust Deposition Gauge[J]. Atmospheric Environment, 1988, 22(7): 1383-1394.
- [14] Goossens D,Offer ZY. An Evaluation of the Efficiency of Some Eolian Dust Collectors[J]. Soil Technology, 1994, 7(1): 25-35.
- [15] Norouzi S,Khademi H,Ayoubi S, et al. Seasonal and Spatial Variations in Dust Deposition Rate and Concentrations of Dust-borne Heavy Metals, a Case Study From Isfahan, Central Iran[J]. Atmospheric Pollution Research, 2017(4): 686-699.
- [16] Hojati S,Khademi H,Cano AF, et al. Characteristics of Dust Deposited Along a Transect Between Central Iran and the Zagros Mountains[J]. Catena, 2012(1): 27-36.
- [17] Menéndez I,Díaz-hernández J,Mangas J, et al. Airborne Dust Accumulation and Soil

- Development in the North-east Sector of Gran Canaria (canary Islands, Spain)[J]. *Journal of Arid Environments*, 2007(1): 57-81.
- [18] Pye K. Aeolian Dust Transport and Deposition Over Crete and Adjacent Parts of the Mediterranean Sea[J]. *Earth Surface Processes and Landforms*, 1992(3): 271-288.
- [19] Reheis MC, Kihl R. Dust Deposition in Southern Nevada and California, 1984–1989: Relations to Climate, Source Area, and Source Lithology[J]. *Journal of Geophysical Research*, 1995(D5): 8893.
- [20] Goossens D. The Aeolian Dust Accumulation Curve[J]. *Earth Surface Processes and Landforms*, 2001(11): 1213-1219.
- [21] Palumbo P, Battaglia R, Brucato J, et al. The Mago Experiment for Dust Environment Monitoring on the Martian Surface[J]. *Advances in Space Research*, 2004(12): 2252-2257.
- [22] Marx SK, McGowan HA. Dust Transportation and Deposition in a Superhumid Environment, West Coast, South Island, New Zealand[J]. *Catena*, 2005, 59(2): 147-171.
- [23] Wurtz H, Sigsgaard T, Valbjorn O, et al. The Dustfall Collector - a Simple Passive Tool for Long-term Collection of Airborne Dust: a Project Under the Danish Mould in Buildings Program (damib)[J]. *Indoor Air*, 2005, 15(s9): 33-40.
- [24] 张正偲, 董治宝. 降尘收集方法对降尘效率的影响[J]. *环境科学*, 2013(2): 499-508.
- [25] Sow M, Goossens D, Rajot JL. Calibration of the Mdco Dust Collector and of Four Versions of the Inverted Frisbee Dust Deposition Sampler[J]. *Geomorphology*, 2006, 82(3): 360-375.
- [26] Goossens D. Wind Tunnel Calibration of the Usgs Dust Deposition Sampler: Sampling Efficiency and Grain Size Correction[J]. *Aeolian Research*, 2010, 2(2): 159-170.
- [27] Mctainsh G, Nickling W, Lynch A. Dust Deposition and Particle Size in Mali, West Africa[J]. *Catena*, 1997, 29(3): 307-322.
- [28] 王赞红. 大气降尘监测研究[J]. *干旱区资源与环境*, 2003, 17(1): 54-59.
- [29] Breuning-madsen H, Awadzi TW. Harmattan Dust Deposition and Particle Size in Ghana[J]. *Catena*, 2005, 63(1): 23-38.
- [30] 钱广强, 董治宝. 大气降尘收集方法及相关问题研究[J]. *中国沙漠*, 2004(6): 119-122.
- [31] 杨立辉, 顾李颖, 苏优. 芜湖市春夏季大气干降尘的粒径特征及其环境意义[J]. *皖西学院学报*, 2014: 111-114.
- [32] 鄂崇毅, 袁杰, 姜莹莹. 西宁市大气降尘粒度特征分析[J]. *青海师范大学学报(自然科学版)*, 2013: 55-61.
- [33] 新疆干旱区降尘按月、按旬监测比对分析.

附一：

方法验证报告

方法名称： 环境空气 降尘的测定 重量法

项目主编单位： 天津市生态环境监测中心

验证单位： 北京市环境保护监测中心、生态环境部华南环境科学研究所、天津市环科检测技术有限公司、新疆维吾尔自治区环境监测总站、四川省生态环境监测总站、浙江省环境监测中心

项目负责人及职称： 吴宇峰 高级工程师

通讯地址： 天津市南开区复康路19号 电话： 022-83693603

报告编写人及职称： 吴宇峰 高级工程师

报告日期： 2019 年 9 月 7 日

1 实验室基本情况

表 1.1 参加验证的人员情况登记表

单位	姓名	性别	年龄	职务或职称	所学专业	从事相关分析工作年限
北京市环境保护监测中心	陆皓昀	男	33	工程师	生物工程	11
	杨 柳	女	37	工程师	应用化学	11
生态环境部华南环境科学研究所	陈桂华	女	53	工程师	化学教育	34
	林芷君	女	25	助理工程师	食品营养与检测	3
	陈晓燕	女	38	工程师	环境工程	16
天津市环科检测技术有限公司	李 莹	女	34	工程师	环境工程	9
	王乃丽	女	46	高级工程师	分析化学	23
	杨 云	女	30	工程师	制药工程	7
	杨 卉	女	32	工程师	高分子材料与工程	10
新疆维吾尔自治区环境监测总站	阿加古丽·赛依提	女	38	高级工程师	食品科学	15 年
	古丽娜尔·艾合坦木	女	36	工程师	环境工程	9 年
	刘 喜	男	34	助理工程师	应用化学	10 年
	宋艾琳	女	25	助理工程师	化学工程	新进人员
四川省生态环境监测总站	赵云芝	女	39	高级工程师	分析化学	13 年
	庞妍娇	女	26	助工	分析化学	1 年
	万 燕	女	26	助工	化 学	1 年
浙江省环境监测中心	王 玲	女	34	工程师	环境工程	11 年
	朱国华	男	37	高级工程师	农药学	12 年
	李沐霏	女	30	工程师	分析化学	4 年

表 1.2 使用仪器情况登记表

单位	仪器名称	规格型号	仪器出厂编号	性能状况
北京市环境保护监测中心	电子天平	XP205	1127300486	正常
	石墨电热板	D350-D	030206000200900037	正常

单位	仪器名称	规格型号	仪器出厂编号	性能状况
	电热鼓风干燥箱	DHG-9053A	1002297	正常
生态环境部华南环境科学研究所	电子天平	BSA224S-CW	27192157	正常
	全自动电脑干燥箱	DHG-9053C	160923-2H	正常
天津市环科检测技术有限公司	电子分析天平	METTLER AE240	1215250419	正常
	数显鼓风恒温干燥箱	GZX-9240 MBE	7320	正常
新疆维吾尔自治区环境监测总站	电热恒温鼓风干燥箱	DHG-9101-ISA	80069	正常
	电热板	Ib300	80520G11191	正常
	电子天平	BT224S	22492464	正常
四川省生态环境监测总站	万分之一电子天平	ALC-210.4	21490960	正常
	电热鼓风干燥箱	GZX-9240MBE	14015	正常
	电热板	光明 ML-3-4	20446	正常
浙江省环境监测中心	电子天平	BS224S	23690121	正常
	真空干燥箱	VC-50	317485109	正常

表 1.3 使用试剂及溶剂登记表

单位	名称	生产厂家、规格	纯度
北京市环境保护监测中心	乙二醇	天津市光复精细化工研究所	优级纯
生态环境部华南环境科学研究所	乙二醇	广州化学试剂厂	分析纯
天津市环科检测技术有限公司	乙二醇	天津百伦斯生物技术有限公司	分析纯
新疆维吾尔自治区环境监测总站	乙二醇	天津永晟精细化工有限公司	分析纯
四川省生态环境监测总站	乙二醇	成都市科隆化学品有限公司	分析纯
浙江省环境监测中心	乙二醇	国药	分析纯

2 方法验证方案

参加方法验证的实验室按照“环境空气降尘的测定重量法”(草案)中要求准备实验用品。在方法验证前,参加验证的分析人员应了解并掌握方法原理、操作步骤及流程。方法验证过程中所用的试剂和材料、仪器和设备及分析步骤符合方法相关要求。

按照“环境空气降尘的测定重量法”(草案)中样品分析的全部步骤进行分析,根据《环境监测分析方法标准制订技术导则》(HJ 168-2010)的规定,6家实验室分别开展方法检出限、对分发的模拟降尘样品进行准确度、精密度指标的验证。

①检出限的验证:按 HJ 168-2010 中检出限的计算公式得出方法检出限。将空白样品(60 ml 乙二醇及 50 ml 蒸馏水加入降尘缸)按照样品分析的全部步骤,进行不少于 7 次平行测定,计算平行测定的标准偏差 S,方法检出限 $MDL = t_{(n-1,0.99)} \times S$ 。

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%时的 t 分布(单侧);

S — n 次平行测定的标准偏差。

其中,当自由度为 $n-1$,置信度为 99%时的 t 值可参考表 1.4 取值。

表 1.4 自由度为 $n-1$,置信度为 99%的 t 值表

平行测定次数 (n)	自由度为 ($n-1$)	$t_{(n-1,0.99)}$
7	6	3.143
8	7	2.998
9	8	2.896
10	9	2.821
11	10	2.764
16	15	2.602
21	20	2.528

测定下限:参照 HJ168-2010,以 4 倍方法检出限确定为本方法目标物的测定下限。

②准确度、精密度的验证:称量从房顶屋檐上收集的尘土 0.1000 g (模拟降尘量约 5.6 t/km²·30 d), 0.3000 g (模拟降尘量约 16.9 t/km²·30 d), 0.7000 g (模拟降尘量约 39.5 t/km²·30 d) 模拟降尘样品各 6 份,放入洁净、干燥的降尘缸内,加入 60 ml 乙二醇、50 ml 水,按样品分析的全部步骤进行空白、样品分析,汇总数据,填写降尘验证报告。

3 方法检出限、测定下限测试数据汇总

表 1.5 方法检出限、测定下限测试数据表

测试单位:北京市环境保护监测中心

测试日期: 2019.7.4

单位: t/km²·30 d

测定结果	序号	测定值
	1	0.49
	2	0.38
	3	0.36
	4	0.36
	5	0.42
	6	0.27
	7	0.33

平均值	0.373
标准偏差	0.069
$t_{(n-1,0.99)}$	3.143
检出限	0.3
测定下限	1.2

表 1.6 方法检出限、测定下限测试数据表

测试单位：生态环境部华南环境科学研究所

测试日期：2019.7.9

单位：t/km²·30 d

测定结果	序号	测定值
	1	0.119
	2	0.068
	3	0.085
	4	0.125
	5	0.028
	6	0.045
	7	0.045
平均值	0.07	
标准偏差	0.038	
$t_{(n-1,0.99)}$	3.143	
检出限	0.2	
测定下限	0.8	

表 1.7 方法检出限、测定下限测试数据表

测试单位：天津市环科检测技术有限公司

测试日期：2019.8.19~2019.8.28

单位：t/km²·30 d

测定结果	序号	测定值
	1	0.0343
	2	0.0286
	3	0.0284
	4	0.0400
	5	0.0343
	6	0.0227
	7	0.0286
平均值	0.031	
标准偏差	0.006	

测定结果	序号	测定值
$t_{(n-1,0.99)}$		3.143
检出限		0.1
测定下限		0.4

表 1.8 方法检出限、测定下限测试数据表

测试单位：新疆维吾尔自治区环境监测总站

测试日期：2019.8.6

单位：t/km²·30 d

测定结果	序号	测定值
	1	0.3000
	2	0.3510
	3	0.2720
	4	0.3000
	5	0.2430
	6	0.3510
7	0.2430	
平均值	0.294	
标准偏差	0.045	
$t_{(n-1,0.99)}$	3.143	
检出限	0.2	
测定下限	0.8	

表 1.9 方法检出限、测定下限测试数据表

测试单位：四川省生态环境监测总站

测试日期：2019.8.13~2019.8.15

单位：t/km²·30 d

测定结果	序号	测定值
	1	0.28
	2	0.17
	3	0.14
	4	0.32
	5	0.15
	6	0.28
7	0.21	
平均值	0.221	
标准偏差	0.07	
$t_{(n-1,0.99)}$	3.143	

检出限	0.3
测定下限	1.2

表 1.10 方法检出限、测定下限测试数据表

测试单位：浙江省环境监测中心

测试日期：2019.8.5~2019.8.13

单位：t/km²·30 d

测定结果	序号	测定值
	1	0.0085
	2	0.0057
	3	0.0057
	4	0.0085
	5	0.0113
	6	0.0085
	7	0.0085
平均值	0.008	
标准偏差	0.002	
$t_{(n-1,0.99)}$	3.143	
检出限	0.1	
测定下限	0.4	

结论：6家实验室对空白样品（60ml 乙二醇及 50ml 蒸馏水加入降尘缸）进行 7 次平行测定，检出限分别为 0.3 t/km²·30 d, 0.2 t/km²·30 d, 0.1 t/km²·30 d, 0.2 t/km²·30 d, 0.3 t/km²·30 d, 0.1 t/km²·30 d；测定下限分别为 1.2 t/km²·30 d, 0.8 t/km²·30 d, 0.4 t/km²·30 d, 0.8 t/km²·30 d, 1.2 t/km²·30 d, 0.4 t/km²·30 d。

4 实验室内精密度、准确度数据汇总

表 1.11 实验室内精密度、准确度测试数据表

测试单位：北京市环境保护监测中心

测试日期：2019.7.19

单位：g

加入量	项目	测定结果						平均值	RSD (%)
		1	2	3	4	5	6		
0.1000	测定值	0.0983	0.0921	0.0936	0.0966	0.0994	0.0927	0.0955	3.3
	空白值	0.0045			0.0047				—
	空白加标回收率 (%)	96.3	92.5	93.9	96.8	97.9	91.7	—	—

0.3000	测定值	0.2898	0.2828	0.2852	0.2853	0.2879	0.2776	0.2847	1.5
	空白值	0.0052			0.0058				—
	空白加标回收率 (%)	95.4	94.1	94.9	94.0	95.7	93.2	—	—
0.7000	测定值	0.6463	0.6517	0.6549	0.6447	0.6631	0.6418	0.6504	1.2
	空白值	0.0043			0.0048				—
	空白加标回收率 (%)	97.6	98.2	97.3	97.3	101	95.6	—	—

表 1.12 实验室内精密度、准确度测试数据表

测试单位: 生态环境部华南环境科学研究所

测试日期: 2019.7.10~2019.7.12

单位: g

加入量	项目	测定结果						平均值	RSD (%)
		1	2	3	4	5	6		
0.1000	测定值	0.0982	0.0983	0.0979	0.0986	0.098	0.0976	0.0981	0.4
	空白值	0.0008			0.0010			0.0009	—
	空白加标回收率 (%)	97.4	97.5	97.1	97.6	97.0	96.6	—	—
0.3000	测定值	0.2930	0.2993	0.2898	0.2958	0.3004	0.2989	0.2962	1.4
	空白值	0.0011			0.0009			0.0010	—
	空白加标回收率 (%)	97.3	99.4	96.2	98.3	99.8	99.3	—	—
0.7000	测定值	0.6926	0.6946	0.6854	0.6852	0.6912	0.6857	0.6891	0.6
	空白值	0.0015			0.0008			0.0012	—
	空白加标回收率 (%)	98.7	99.0	97.7	97.8	98.6	97.8	—	—

表 1.13 实验室内精密度、准确度测试数据表

测试单位: 天津市环科检测技术有限公司

测试日期: 2019.8.19~2019.8.28

单位: g

加入量	项目	测定结果						平均值	RSD (%)
		1	2	3	4	5	6		
0.1000	测定值	0.0981	0.0982	0.0986	0.0988	0.0978	0.0982	0.0983	0.2
	空白值	0.006			0.006			0.006	—

	加标量	0.1002	0.1001	0.1005	0.1006	0.1004	0.1004	—	—
	空白加标回收率(%)	97.3	98.1	98.1	97.6	97.4	97.8	—	—
0.3000	测定值	0.2934	0.2933	0.2938	0.2932	0.2911	0.2922	0.2928	0.4
	空白值	0.0006			0.0005			0.0006	—
	加标量	0.3003	0.3004	0.3000	0.3005	0.3003	0.3003	—	—
	空白加标回收率(%)	97.5	97.6	97.9	97.4	96.9	97.3	—	—
0.7000	测定值	0.6883	0.6838	0.6910	0.6934	0.6905	0.6900	0.6895	0.5
	空白值	0.0006			0.0005			0.0006	—
	加标量	0.7001	0.7000	0.7005	0.7001	0.7002	0.7002	—	—
	空白加标回收率(%)	98.2	97.7	98.6	99.0	98.6	98.5	—	—

表 1.14 实验室内精密度、准确度测试数据表

测试单位: 新疆维吾尔自治区环境监测总站

测试日期: 2019年8月6日

单位: g

加入量	项目	测定结果						平均值	RSD (%)
		1	2	3	4	5	6		
0.1000	测定值	0.0971	0.0962	0.0965	0.1010	0.0983	0.0958	0.0975	2.0
	空白值	0.0051			0.0051				—
	空白加标回收率 (%)	92.0	91.1	91.4	95.9	93.2	90.7	—	—
0.3000	测定值	0.3048	0.3063	0.3048	0.3057	0.3052	0.3067	0.3056	0.3
	空白值	0.0051			0.0051				—
	空白加标回收率 (%)	99.9	100	99.9	100	100	101	—	—
0.7000	测定值	0.7122	0.7200	0.7135	0.7152	0.7150	0.7141	0.7150	0.4
	空白值	0.0051			0.0051				—
	空白加标回收率 (%)	101	102	101	101	101	101	—	—

表 1.15 实验室内精密度、准确度测试数据表

测试单位: 四川省生态环境监测总站

测试日期: 2019.8.15~2019.8.19

单位: g

加入量	项目	测定结果						平均值	RSD (%)
		1	2	3	4	5	6		

0.1000	测定值	0.1023	0.1040	0.1020	0.1000	0.1060	0.1049	0.1032	2.1
	空白值	0.0056			0.0026			0.0041	—
	空白加标回收率(%)	98.2	99.9	97.9	95.9	102	101	—	—
0.3000	测定值	0.2960	0.3079	0.3160	0.3046	0.3041	0.3090	0.3063	2.2
	空白值	0.0050			0.0030			0.0040	—
	空白加标回收率(%)	97.3	101	104	100	100	102	—	—
0.7000	测定值	0.7056	0.7042	0.6955	0.7083	0.6715	0.7113	0.6994	2.1
	空白值	0.0049			0.0037			0.0043	—
	空白加标回收率(%)	100	100	98.7	101	95.3	101	—	—

表 1.16 实验室内精密度、准确度测试数据表

测试单位：浙江省环境监测中心

测试日期：2019.8.5~2019.8.13

单位：g

加入量	项目	测定结果						平均值	RSD (%)
		1	2	3	4	5	6		
0.1000	测定值	0.1023	0.0996	0.1000	0.1098	0.1099	0.1098	0.1052	4.9
	空白值	0.0002			0.0001			0.0002	—
	空白加标回收率(%)	102	99.4	99.8	110	110	110	—	—
0.3000	测定值	0.2830	0.2959	0.2990	0.2899	0.2899	0.2999	0.2930	2.2
	空白值	0.0001			0.0004			0.0003	—
	空白加标回收率(%)	94.3	98.6	100	96.5	96.5	100	—	—
0.7000	测定值	0.6982	0.6933	0.7016	0.7099	0.7099	0.6898	0.7005	1.2
	空白值	0.0004			0.0004			0.0004	—
	空白加标回收率(%)	99.7	99.0	100	101	101	98.5	—	—

结论：6家实验室对从房顶层檐上收集的尘土 0.1000 g, 0.3000 g, 0.7000 g 3种模拟降尘样品各 6份进行测定，0.1000 g 模拟样品测定空白加标回收率范围分别为：91.7%~97.9%，96.6%~97.6%，97.3%~98.1%，90.7%~95.9%，95.9%~102%，99.4%~102%；0.3000 g 模拟样品测定空白加标回收率范围分别为：93.2%~95.7%，96.2%~99.8%，96.9%~97.9%，99.9%~101%，97.3%~104%，94.3%~100%；0.7000 g 模拟样品测定空白加标回收率范围分别为：95.6%~101%，97.7%~99.0%，97.7%~99.0%，101%~102%，95.3%~101%，98.5%~101%。

6家实验室对从房顶层檐上收集的尘土 0.1000 g, 0.3000 g, 0.7000 g 3种模拟降尘样品各 6份进行测定，0.1000 g 模拟样品相对标准偏差范围为 0.2%~4.9%；0.3000 g 模拟样品相对标准偏差范围为 0.3%~2.2%；0.7000 g 模拟样品相对标准偏差范围为 0.4%~2.1%。

5 方法验证结论

课题组对验证数据进行了检验，无异常数据，所有数据全部采用。六家实验室验证结果表明，本方法检出限为 $0.3 \text{ t/km}^2 \cdot 30 \text{ d}$ ，测定下限为 $1.2 \text{ t/km}^2 \cdot 30 \text{ d}$ 。

6家实验室对从房顶屋檐上收集的尘土 0.1000 g ， 0.3000 g ， 0.7000 g 3种模拟降尘样品各6份进行测定， 0.1000 g 模拟样品测定空白加标回收率范围分别为：91.7%~97.9%，96.6%~97.6%，97.3%~98.1%，90.7%~95.9%，95.9%~102%，99.4%~102%； 0.3000 g 模拟样品测定空白加标回收率范围分别为：93.2%~95.7%，96.2%~99.8%，96.9%~97.9%，99.9%~101%，97.3%~104%，94.3%~100%； 0.7000 g 模拟样品测定空白加标回收率范围分别为：95.6%~101%，97.7%~99.0%，97.7%~99.0%，101%~102%，95.3%~101%，98.5%~101%。

6家实验室对从房顶屋檐上收集的尘土 0.1000 g ， 0.3000 g ， 0.7000 g 3种模拟降尘样品各6份进行测定， 0.1000 g 模拟样品相对标准偏差范围为0.2%~4.9%； 0.3000 g 模拟样品相对标准偏差范围为0.3%~2.2%； 0.7000 g 模拟样品相对标准偏差范围为0.4%~2.1%。

方法具有较好的重复性和再现性，方法各项特性指标达到预期要求。