



中华人民共和国国家环境保护标准

HJ□□□-201□

固体废物 汞、砷、硒、铋、锑的测定 氢化物发生原子荧光光谱法

Solid waste-Determination of mercury,arsenic,selenium,bismuth,antimony-

Hydride generation-atomic fluorescence spectrometric method

(征求意见稿)

201□-□□发布

201□-□□-□实施

环 境 保 护 部 发布

目 次

前 言.....	I
1 适用范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 方法原理.....	1
4 试剂和材料.....	2
5 仪器和设备.....	4
6 样品.....	4
7 分析步骤.....	6
8 结果计算.....	7
9 精密度和准确度.....	8
10 质量保证和质量控制.....	8
11 废物处理.....	8
方法的精密度和准确度.....	9

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国固体废物污染环境防治法》，保护环境，保障人体健康，规范固体废物和固体废物浸出液中汞、砷、硒、铋、锑的监测方法，制定本标准。

本标准规定了固体废物和固体废物浸出液中汞、砷、硒、铋、锑的氢化物发生原子荧光光谱测定方法。

本标准为首次发布。

本标准的附录 A 为资料性目录。

本标准由环境保护部科技标准司组织制订。

本标准起草单位：宁波市环境监测中心、环境保护部环境标准研究所。

本标准验证单位：宁波市北仑区环境保护监测站，湖州市环境保护监测中心站，嘉兴市环境保护监测站，金华市环境监测中心站，台州市环境监测中心站，浙江省舟山海洋生态环境监测站。

本标准环境保护部 201□年□□月□□日批准。

本标准自 201□年□□月□□日起实施。

本标准由环境保护部解释。

固体废物 汞、砷、硒、铋、锑的测定 氢化物发生原子荧光光谱法

警告：硝酸、盐酸具有强腐蚀性、强氧化性，对人体有害。注意个体防护，万一皮肤（或眼睛）接触，应立即用流动清水冲洗。实验人员应有基本的微波样品前处理的化学知识和全面安全概念，保证微波化学仪器操作过程的可靠性和安全性。

1 适用范围

本标准规定了固体废物和固体废物浸出液中汞、砷、硒、铋、锑的氢化物发生原子荧光光谱测定法。

本标准适用于固体废物和固体废物浸出液中汞、砷、硒、铋、锑的测定。测定固体废物称取样品量为 0.5g 时，本方法汞的检出限为 0.002mg/kg，测定下限 0.008mg/kg；砷、硒、铋和锑的检出限为 0.01mg/kg，测定下限 0.04mg/kg。测定固体废物浸出液的检出限是：汞 0.02μg/L，测定下限 0.08μg/L；砷、硒、铋、锑检出限 0.10μg/L，测定下限 0.40μg/L。

2 规范性引用文件

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

GB 5085.3	危险废物鉴别标准 浸出毒性鉴别
GB 5086.1	固体废物 浸出毒性浸出方法 翻转法
GB/T 21191	原子荧光光谱仪
HJ/T 20	工业固体废物采样制样技术规范
HJ/T 298	危险废物鉴别技术规范
HJ/T 299	固体废物 浸出毒性浸出方法 硫酸硝酸法
HJ/T 300	固体废物 浸出毒性浸出方法 醋酸缓冲溶液法
HJ 557	固体废物 浸出毒性浸出方法 水平振荡法
JJG 939	原子荧光光度计计量检定规程

3 方法原理

试样加入适量盐酸和硝酸，利用微波消解仪在高温、加压、密闭环境中进行微波酸溶或沸水浴的预处理，定容后用原子荧光光度计分别测试汞、砷、硒、铋、锑的含量。消解处理后试液在盐酸介质中将硒(VI)还原为硒(IV)，加入硫脲+抗坏血酸混合溶液将砷(V)、铋(V)、锑(V)分别还原为砷(III)、铋(III)和锑(III)。在氢化物发生器中，以盐酸溶液为载流，用硼氢化钾溶液作为还原剂，砷(III)、铋(III)、锑(III)和硒(IV)分别还原生成砷化氢、铋化氢、锑化氢和硒化氢气体，汞被还原成原子态，由载气（氩气）导入石英原子化器中，进而在氩氢火焰中原子化。基态原子受元素灯（汞、砷、硒、铋、锑）的发射光激发下产生原子荧光，测量其原子荧光的相对强度。利用荧光强度与试液中元素含量呈正比关系，计算样品中相应元素的含量。

4 试剂和材料

除非另有说明,分析时均使用符合国家标准分析纯化学试剂,实验用水为新制备的二次蒸馏水或相当纯度的水。

4.1 盐酸: $\rho(\text{HCL})=1.19 \text{ g/mL}$, 优级纯。

4.2 硝酸: $\rho(\text{HNO}_4)=1.42 \text{ g/mL}$, 优级纯。

4.3 氢氧化钾或氢氧化钠: 优级纯。

4.4 硼氢化钾 (KBH_4) 或硼氢化钠 (NaBH_4): 优级纯。

4.5 载流, 5% (5+95, V/V) 盐酸溶液

移取 25 mL 盐酸 (4.1) 稀释至 500mL。

4.6 硼氢化钾 (KBH_4) 溶液 A: $\rho = 10\text{g/L}$

称取 0.5g 氢氧化钾 (4.3) 放入盛有 100 mL 蒸馏水的烧杯中, 玻璃棒搅拌待完全溶解后再加入称好的 1.0g 硼氢化钾或硼氢化钠 (NaBH_4) (4.4), 搅拌溶解。此溶液当日配制, 用于汞的测定。

4.7 硼氢化钾 (KBH_4) 溶液 B: $\rho = 20\text{g/L}$

称取 0.5g 氢氧化钾 (4.3) 放入盛有 100 mL 蒸馏水的烧杯中, 玻璃棒搅拌待完全溶解后再加入称好的 2.0g 硼氢化钾或硼氢化钠 (NaBH_4) (4.4), 搅拌溶解。此溶液当日配制, 用于砷、硒、铋、锑的测定。

4.8 硫脲($\text{CH}_4\text{N}_2\text{S}$)+抗坏血酸($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$)混合溶液

称取硫脲、抗坏血酸各 10g, 用 100mL 蒸馏水溶解, 混匀, 当日配制。

4.9 汞 (Hg) 标准贮备溶液: $\rho = 100.0\text{mg/L}$

称取在硅胶干燥器中放置过夜的 0.1354g 氯化汞 (HgCl_2), 用适量蒸馏水溶解后移至 1000mL 容量瓶中, 最后用蒸馏水定容至标线, 混匀。或购买市售有证标准物质。

4.10 汞标准溶液 A: $\rho = 1.00\text{mg/L}$

移取汞标准贮备溶液 (4.9) 5.00mL, 置于 500mL 容量瓶中, 用蒸馏水定容至标线, 混匀。

4.11 汞标准溶液 B: $\rho = 50.0\mu\text{g/L}$

移取汞标准溶液 A (4.10) 5.00mL, 置于 100mL 容量瓶, 加入 5mL 盐酸 (4.1), 用蒸馏水定容至标线, 混匀。

4.12 汞标准溶液: $\rho = 5.00\mu\text{g/L}$

移取汞标准溶液 B (4.11) 10.00mL, 置于 100mL 容量瓶, 加入 5 mL 盐酸 (4.1), 用蒸馏水定容至标线, 混匀。

4.13 砷 (As) 标准贮备溶液: $\rho = 100.0\text{mg/L}$

称取 0.1320g 经过 105℃干燥 2h 的优级纯三氧化二砷 (As_2O_3 , 质量分数 99.99%以上) 溶解于 5mL 1mol/L 氢氧化钠溶液中, 用 1mol/L 的盐酸溶液中和至酚酞红色褪去, 用蒸馏水定容至 1000mL, 混匀。或购买市售有证标准物质。

4.14 砷标准溶液 A: $\rho = 1.00\text{mg/L}$

移取砷标准贮备溶液 (4.13) 5.00mL, 置于 500mL 的容量瓶中, 加入 50mL 盐酸 (4.1), 用蒸馏水定容至标线, 混匀。

4.15 砷标准溶液: $\rho = 100.0\mu\text{g/L}$

移取砷标准溶液 A (4.14) 10.00mL, 置于 100mL 容量瓶中, 加入 10mL 盐酸 (4.1), 用蒸馏水定容至标线, 混匀。

4.16 硒 (Se) 标准贮备液: $\rho = 100.0\text{mg/L}$

称取 0.1000g 高纯硒粉(质量分数 99.99%以上), 置于 100mL 烧杯中, 加 20mL 硝酸(4.2) 低温加热溶解后冷却至温室, 移入 1000mL 容量瓶中, 用蒸馏水定容至标线, 混匀。或购买市售有证标准物质。

4.17 硒标准溶液 A: $\rho = 1.00\text{mg/L}$

移取硒标准贮备溶液 (4.16) 5.00mL, 置于 500mL 的容量瓶中, 加入 150mL 盐酸 (4.1), 用蒸馏水定容至标线, 混匀。

4.18 硒标准溶液 B: $\rho = 100.0\mu\text{g/L}$

移取硒标准溶液 A (4.17) 10.00mL, 置于 100mL 容量瓶中, 加入 30mL 盐酸 (4.1), 用蒸馏水定容至标线, 混匀。

4.19 硒标准溶液 C: $\rho = 10.00\mu\text{g/L}$

移取硒标准溶液 B (4.18) 10.00mL, 置于 100mL 容量瓶中, 加入 30mL 盐酸 (4.1), 用蒸馏水定容至标线, 混匀。

4.20 铋 (Bi) 标准贮备溶液: $\rho = 100.0\text{mg/L}$

称取高纯金属铋 0.1000g, 置于 100 mL 烧杯中, 加 20mL 硝酸 (4.2), 低温加热至溶解完全, 冷却, 移入 1000mL 容量瓶中, 用蒸馏水定容至标线, 混匀。或购买市售有证标准物质。

4.21 铋标准溶液 A: $\rho = 1.00\text{mg/L}$

移取铋标准贮备溶液 (4.20) 5.00mL, 置于 500mL 的容量瓶中, 加入 50mL 盐酸 (4.1), 用蒸馏水定容至标线, 混匀。

4.22 铋标准溶液 B: $\rho = 100.0\mu\text{g/L}$

移取铋标准溶液 A (4.21) 10.00mL, 置于 100mL 容量瓶中, 加入 10mL 盐酸 (4.1), 用蒸馏水定容至标线, 混匀。

4.23 铋标准溶液 C: $\rho = 10.00\mu\text{g/L}$

移取铋标准溶液 B (4.22) 10.00mL, 置于 100mL 容量瓶中, 加入 10mL 盐酸 (4.1), 用蒸馏水定容至标线, 混匀。

注 1: 砷和铋实验条件相同也可配制混合标准溶液及其校准系列。

4.24 锑 (Sb) 标准贮备液, 浓度 100.0mg/L

称取 0.1197g 经过 105℃干燥 2h 的三氧化二锑 (Sb_2O_3 , 质量分数 99.99%以上) 溶解于 80mL 盐酸 (4.1) 中, 转入 1000mL 容量瓶中, 补加 120mL 盐酸 (4.1), 用蒸馏水定容至标线, 混匀。或购买市售有证标准物质。

4.25 锑标准溶液 A: $\rho = 1.00\text{mg/L}$

移取锑标准贮备溶液 (4.24) 5.00mL, 置于 500mL 的容量瓶中, 加入 100mL 盐酸 (4.1), 用蒸馏水定容至标线, 混匀。

4.26 锑标准溶液 B: $\rho = 100.0\mu\text{g/L}$

移取 10.00mL 铈标准溶液 A (4.25)，置于 100mL 容量瓶中，加入 20mL 盐酸 (4.1)，用蒸馏水定容至标线，混匀。

4.27 铈标准溶液 C: $\rho = 10.00\mu\text{g/L}$

移取 10.00mL 铈标准溶液 B (4.26)，置于 100mL 容量瓶中，加入 20mL 盐酸 (4.1)，用蒸馏水定容至标线，混匀。

4.28 载气和屏蔽气：氩气（纯度 $\geq 99.9\%$ ）。

5 仪器和设备

实验所用的玻璃器皿均需用 (1+1) 硝酸溶液浸泡 24 小时后，依次用自来水、蒸馏水洗净。

5.1 频率可调的振荡装置。

5.2 微波消解仪：具有温度控制和程序升温功能。

5.3 原子荧光光度计：检出限、精密度及校准曲线相关系数应符合 GB/T 21191 和 JJG 939 中的规定。

5.4 元素灯（汞、砷、硒、铋、铈）。

5.5 分析天平：精度为 0.0001g。

5.6 恒温水浴装置。

5.7 一般实验室常用仪器和设备。

6 样品

6.1 采集与保存

按照 HJ/T 20-1998 和 HJ/T 298-2007 的相关规定进行固体废物样品的采集和保存。

6.2 试样的制备

6.2.1 固体废物浸出液制备

按照 HJ 557-2010、HJ/T 299-2007、HJ/T 300-2007、GB 5086.1-1997 的相关规定进行浸出液的制备。

6.2.2 固体废物浸出液测试的预处理

6.2.2.1 微波酸溶

移取固体废物浸出液 40 mL 置于 100mL 溶样杯中，在通风厨中加入 3mL 盐酸 (4.1) 和 1mL 硝酸 (4.2)，使样品与消解液充分接触。观察溶液，若有大量气泡溢出或剧烈的化学反应，待反应结束后再将溶样杯置于消解罐中密封。将消解罐装入消解罐支架后放入微波消解仪中，按表 1 推荐的升温程序进行微波酸溶，结束后冷却，待罐内温度与室温平衡后在防酸通风厨中取出、放气，打开消解罐。

表 1 固体废物浸出液的微波酸溶升温程序

步骤	升温时间 (min)	目标温度 (°C)	保持时间 (min)
1	5	100	5
2	5	170	15

试样微波酸溶结束后冷却至室温。将试液转移至 50mL 容量瓶中，蒸馏水洗涤溶样杯、杯盖，将洗涤液并入容量瓶中，最后用蒸馏水定容至标线，混匀。

6.2.2.2 沸水浴消解

移取 40mL 浸出液于 50mL 具塞比色管中，加入 3mL 盐酸（4.1）和 1mL 硝酸（4.2），加塞后摇匀，沸水浴中消解 1 小时，其间摇动 1~2 次，取出冷却后用蒸馏水定容，混匀。

6.2.3 试样溶液分取及试剂加入

分取 10.0mL 试液（6.2.2.1 或 6.2.2.2）置于 50ml 容量瓶中，按表 2 的量加入盐酸（4.1），混匀，加硫脲+抗坏血酸混合溶液（4.8），用蒸馏水定容至标线，混匀，放置 30min（室温低于 15℃时，置于 30℃水浴中保温 20min）。

表 2 定容 50mL 时试剂加入量

单位：mL

名称	汞	砷、铋	硒	锑
盐酸（4.1）	2.5	5.0	15.0	10.0
硫脲+抗坏血酸混合溶液（4.8）	—	10.0	—	10.0

注 2：当试液中测试元素浓度极低时，则分取定容于 25mL 容量瓶，上述试剂按表 2 量减半加入。

6.2.4 固体废物测试的预处理

6.2.4.1 微波酸溶

准确称取固体废物样品 0.1~0.5g（精确至 0.0001g）。若遇样品中元素含量低时，可将称样量提高至 1.0g）置于溶样杯中，用少量蒸馏水润湿。在通风厨中，先加入 6mL 盐酸（4.1），再慢慢加入 2mL 硝酸（4.2），使样品与消解液充分接触。若有剧烈的化学反应，待反应结束后再将溶样杯置于消解罐中密封。将消解罐装入消解罐支架后放入微波消解仪中，按表 3 推荐的升温程序进行微波酸溶，结束后冷却，待罐内温度与室温平衡后在防酸通风厨中取出、放气，打开消解罐。

表 3 固体废物的微波酸溶升温程序

步骤	升温时间（min）	目标温度（℃）	保持时间（min）
1	5	100	2
2	5	150	3
3	5	180	25

把玻璃小漏斗插于 100mL 容量瓶瓶口，用慢速定量滤纸将消解后溶液过滤入 100ml 容量瓶，蒸馏水洗涤溶样杯及沉淀，将所有洗涤液并入容量瓶中，最后用蒸馏水定容至标线，混匀。

6.2.4.2 沸水浴消解

准确称取 0.1~2.0g（精确至 0.0001g。称取 2.0g 时，若遇样品中含有机物很多，可适当略增酸的用量）固体废物样品于 50mL 具塞比色管中，用少量蒸馏水润湿样品，加入 6mL 盐酸（4.1）及 2mL 硝酸（4.2），盖上塞子摇匀，放置过夜。次日置于沸水浴中消解 2 小时，其间每 30 分钟摇动 1 次，取出冷却至室温。用慢速定量滤纸将消解后溶液过滤入 100ml 容量瓶，蒸馏水洗涤比色管及沉淀，将所有洗涤液并入容量瓶中，最后用蒸馏水定容至标线，混匀。

6.2.5 试样溶液的分取及试剂的加入

分取 10.0mL 试液（6.2.4.1 或 6.2.4.2）置于 50ml 容量瓶中，按表 2 的量加入盐酸（4.1），混匀，加硫脲+抗坏血酸混合溶液（4.8），用蒸馏水定容至标线，混匀，放置 30min（室温低于 15℃时，置于 30℃水浴中保温 20min）。

6.3 空白试验

随同试样作空白试验。

6.4 固体废物的含水率

用已知重量的称量瓶或铝盒称取 10~15g 样品，记录干燥前样品重量，精确至 1mg。在 105℃±3℃ 的条件下烘 4h，然后放入干燥器冷却至室温后称量，记录干燥后样品重量，精确至 1mg。含水率 ω (%) 按照公式 (1) 进行计算。

$$\omega = \frac{\text{干燥前样品重量} - \text{干燥后样品重量}}{\text{干燥前样品重量}} \times 100\% \quad (1)$$

7 分析步骤

7.1 仪器调试

原子荧光光度计开机后预热 20~30min。不同型号氢化物发生原子荧光光度计的最佳工作条件不同，应按照仪器使用说明书进行操作。本标准给出的仪器参考条件，见表 4。

表 4 原子荧光光度计的工作参数

元素名称	灯电流 (mA)	负高压 (V)	原子化器温度 (°C)	载气流量 (mL/min)	屏蔽气流量 (mL/min)
汞	15~40	230~300	200	400	800~1000
砷	40~80	230~300	200	300~400	800
硒	40~80	230~300	200	350~400	600~1000
铋	40~80	230~300	200	300~400	800~1000
锑	40~80	230~300	200	200~400	400~700

7.2 校准

7.2.1 校准系列的制备

7.2.1.1 汞的校准系列

分别移取 0、0.25、0.50、1.00、2.00、4.00、5.00mL 汞标准溶液 (4.11 或 4.12) 于 7 个 50mL 容量瓶中，分别加入 2.5mL 盐酸 (4.1)，用蒸馏水定容至标线，混匀。

7.2.1.2 砷的校准系列

分别移取 0、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00mL 砷标准溶液 (4.14 或 4.15) 于 7 个 50mL 容量瓶中，分别加入 5mL 盐酸 (4.1)、10mL 硫脲+抗坏血酸混合溶液 (4.8)，室温放置 30min (室温低于 15℃ 时，置于 30℃ 水浴中保温 20min)，用蒸馏水定容至标线，混匀。

7.2.1.3 硒的校准系列

分别移取 0、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00mL 硒标准溶液 (4.18 或 4.19) 于 7 个 50mL 容量瓶中，分别加入 15mL 盐酸 (4.1)，用蒸馏水定容至标线，混匀。

7.2.1.4 铋的校准系列

分别移取 0、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00mL 铋标准溶液 (4.22 或 4.23) 于 7 个 50mL 容量瓶中，分别加入 5mL 盐酸 (4.1)、10mL 硫脲+抗坏血酸混合溶液 (4.8)，用蒸馏水定容至标线，混匀。

7.2.1.5 锑的校准系列

分别移取 0、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00mL 锑标准溶液 (4.26 或 4.27) 于 7 个 50mL 容量瓶中，分别加入 10mL 盐酸 (4.1)、10mL 硫脲+抗坏血酸混合溶液 (4.8)，室温

放置 30min（室温低于 15℃时，置于 30℃水浴中保温 20min），用蒸馏水定容至标线，混匀。

7.3 绘制校准曲线

以硼氢化钾溶液（4.6 或 4.7）为还原剂、5%盐酸溶液（4.5）为载流，由低浓度到高浓度顺次测定校准系列标准溶液的原子荧光强度。用扣除空白的校准系列原子荧光强度为纵坐标，溶液中相对应的元素含量（ $\mu\text{g/L}$ ）为横坐标，绘制校准曲线。

7.4 测定

将制备好的试液导入氢化物发生原子荧光光度计中，按照与绘制校准曲线相同仪器分析条件进行测定。同时将制备好的空白试样导入氢化物发生原子荧光光度计中，按照与绘制校准曲线相同仪器分析条件进行测定。

8 结果计算

8.1 固体废物浸出液测试的结果计算

固体废物浸出液中元素（汞、砷、硒、铋、锑）的浓度 C （ mg/L ）按公式（2）计算：

$$C = \frac{C' \times V_0}{V} \times \frac{V_2}{V_1} \quad (2)$$

式中： C' ——试液荧光值减去空白溶液荧光值，然后由校准曲线查得元素的浓度， mg/L ；

V ——微波酸溶预处理时移取浸出液的体积， mL ；

V_0 ——微波酸溶后试液定容体积；

V_1 ——分取试液的体积， mL ；

V_2 ——分取后测定试液的定容体积， mL ；

计算结果保留 3 位有效数字。

8.2 固体废物测试的结果计算

固体废物中元素（汞、砷、硒、铋、锑）的含量 W （ mg/kg ）按照公式（3）进行计算。

$$W = \frac{(C - C_0) \times V_0 \times V_2}{m \times (1 - \omega) \times V_1} \times 10^{-3} \quad (3)$$

式中： W ——固体废物中元素的含量， mg/kg ；

C ——由校准曲线上查得测定试液中元素的浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

C_0 ——试剂空白溶液测定浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

V_0 ——微波酸溶后试液的定容体积；

V_1 ——分取试液的体积， mL ；

V_2 ——分取后测定试液的定容体积， mL ；

m ——称取样品的质量， g ；

ω ——含水率， $\%$ 。

计算结果取 3 位有效数字。汞小数点后数字最多保留至第 4 位，砷、硒、铋、锑小数点后数字最多保留至第 3 位。

9 精密度和准确度

2011年六家实验室分别对固体废物浸出液中汞、砷、硒、铋、锑的二种不同浓度($\mu\text{g/L}$)的统一样品进行共同试验,实验室内相对标准偏差(%),实验室间相对标准偏差(%),重复性限($\mu\text{g/L}$),再现性限($\mu\text{g/L}$),加标回收率(%),加标回收率最终值(%)等详见附表1。

2011年六家实验室分别对固体废物中汞、砷、硒、锑的三种不同含量($\mu\text{g/g}$),铋的二种不同含量($\mu\text{g/g}$)的统一标准样品进行共同试验,实验室内相对标准偏差(%),实验室间相对标准偏差(%),重复性限($\mu\text{g/g}$),再现性限($\mu\text{g/g}$),相对误差均值(%),相对误差最终值(%)等详见附表2。

10 质量保证和质量控制

- 10.1 做样品前对每批次的试剂做合格性检查,对所用的每一瓶试剂都应作相应的空白实验,尤其是盐酸和硝酸要仔细检查。
- 10.2 配制标准溶液与样品测试液应尽可能使用同一瓶试剂。
- 10.3 采样前在实验室将一份空白试剂水放入样品瓶中密封,将其带到采样现场。采样时不开封,之后随样品运回实验室,按与样品相同的操作步骤进行试验,用于检查样品运输过程中是否受到污染,即运输空白检测。
- 10.4 采样前在实验室将一份空白试剂水放入样品瓶中密封,将其带到采样现场。与采样的样品瓶同时开盖和密封,之后随样品运回实验室,按与样品相同的操作步骤进行试验,用于检查从样品采集到分析全过程是否受到污染,即全程序空白检测。
- 10.5 每批次(小于10个)或每10个样品中至少测定1个空白分析,空白样品需使用和样品一致的消解升温程序。
- 10.6 根据批量大小,每批样品插入相应个数含量水平相近的标准样品作为质控制样。
- 10.7 本标准规定校准曲线的相关系数应不小于0.999。

11 废物处理

实验过程中产生的废液和废物,不可随意倾倒,应置于密闭容器中保存,委托相关有资质的单位进行处理。

附录 A（资料性附录）
方法的精密度和准确度

6 家实验室分别测定的精密度和准确度试验汇总结果，见附表 A.1 和附表 A.2。

附表 A.1 固体废物浸出液 方法精密度和准确度

元素名称	平均值 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内 相对标准 偏差 (%)	实验室内 相对标准 偏差 (%)	重复性 限 r ($\mu\text{g/L}$)	再现性 限 R ($\mu\text{g/L}$)	加标回收率 (%)	加标回收率 最终值 (%)
汞	1.01	1.05~3.50	5.83	0.06	0.18	92.0~108.0	98.27 \pm 12.22
	3.94	0.70~3.92	8.68	0.27	0.94	92.0~111.0	98.8 \pm 14.46
砷	35.78	0.10~3.05	2.24	1.54	2.93	93.5~109.0	98.0 \pm 11.04
	59.76	0.60~2.80	3.49	2.71	5.99	93.3~101.0	95.2 \pm 7.56
硒	5.12	0.60~4.80	8.98	0.78	1.48	92.0~98.3	96.2 \pm 5.0
	12.13	0.60~5.40	7.09	0.79	2.51	91.0~105.0	96.9 \pm 9.54
铋	25.02	0.40~6.99	1.32	0.67	1.10	91.5~102.0	96.6 \pm 8.82
	59.75	0.20~2.60	1.02	0.01	2.47	94.6~101.0	95.2 \pm 5.0
锑	29.64	1.29~6.50	4.28	1.45	3.79	94.0~109.0	99.2 \pm 10.4
	63.67	0.40~3.30	4.18	2.07	7.80	94.4~107.0	99.8 \pm 11.48

附表 A.2 固体废物 方法精密度和准确度

元素名称	平均值 ($\mu\text{g/g}$)	保证值 ($\mu\text{g/g}$)	实验室内 相对标准 偏差 (%)	实验室间 相对标准 偏差 (%)	重复 性限 r ($\mu\text{g/g}$)	再现 性限 R ($\mu\text{g/g}$)	相对 误差 (%)	相对误差 最终值 (%)
汞	0.011	0.011 \pm 0.002	4.10~10.0	10.91	0.002	0.004	-18.1~9.10	-1.52 \pm 24.08
	0.038	0.037 \pm 0.004	1.08~6.00	4.47	0.004	0.006	-5.40~8.10	2.21 \pm 9.24
	0.016	0.016 \pm 0.003	2.59~9.40	6.13	0.003	0.004	-6.25~6.25	1.04 \pm 12.24
砷	1.99	2.0 \pm 0.2	0.54~11.8	7.04	0.61	0.69	-7.50~10.0	0.95 \pm 14.20
	17.73	18 \pm 2	1.23~4.40	6.46	1.34	3.54	-9.70~5.00	-1.50 \pm 12.72
	10.6	10.7 \pm 0.8	1.00~1.90	4.34	0.41	1.28	-6.54~5.60	-0.94 \pm 8.60
硒	0.039	0.04 \pm 0.011	2.60~7.90	11.54	0.007	0.07	-20.0~17.50	3.75 \pm 26.6
	0.146	0.15	2.01~7.70	10.75	0.02	0.04	-13.3~13.3	2.22 \pm 20.26
	0.095	0.093 \pm 0.012	0.78~4.20	6.21	0.009	0.02	-6.45~7.53	1.08 \pm 11.48
铋	0.054	0.057 \pm 0.01	2.20~7.90	5.00	0.15	0.14	-12.3~7.02	-3.81 \pm 14.30
	3.03	3.0 \pm 0.3	1.11~4.90	5.08	0.26	0.47	-4.70~7.67	1.45 \pm 9.36
锑	0.182	0.19 \pm 0.05	1.45~7.10	13.19	0.03	0.07	-15.8~15.8	0.8 \pm 26.84
	2.6	2.7 \pm 0.4	1.21~5.40	5.46	0.96	0.96	-12.2~3.85	-3.24 \pm 9.04
	0.928	1.0	1.70~9.70	8.62	0.14	0.26	-12.0~7.00	-4.88 \pm 18.60