



中华人民共和国国家生态环境标准

HJ □□□□—202□

固定污染源废气 铜、镍、镉的测定 石墨炉原子吸收分光光度法

Stationary source emission—Determination of copper,nickel,cadmium
—Graphite furnace atomic absorption spectrophotometric method

（征求意见稿）

202□-□□-□□发布

202□-□□-□□实施

生态环境部 发布

目 次

前 言	ii
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	1
5 仪器和设备	2
6 样品	3
7 分析步骤	4
8 结果计算与表示	5
9 准确度	5
10 质量保证和质量控制	7
附录 A（资料性附录） 方法的精密度和正确度	8

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》《中华人民共和国大气污染防治法》，防治生态环境污染，改善生态环境质量，规范固定污染源有组织排放废气颗粒物中铜、镍、镉的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定固定污染源有组织排放废气颗粒物中铜、镍、镉的石墨炉原子吸收分光光度法。本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准是对《大气固定污染源 镍的测定 石墨炉原子吸收分光光度法》（HJ/T 63.2-2001）、《大气固定污染源 镉的测定 石墨炉原子吸收分光光度法》（HJ/T 64.2-2001）的修订。

《大气固定污染源 镍的测定 石墨炉原子吸收分光光度法》（HJ/T 63.2-2001）、《大气固定污染源 镉的测定 石墨炉原子吸收分光光度法》（HJ/T 64.2-2001）首次发布于 2001 年，起草单位为中国环境监测总站。本次为第一次修订，修订的主要内容有：

- 适用范围调整为固定污染源有组织排放废气；
- 目标元素由镍、镉调整为铜、镍、镉；
- 前处理方法增加微波消解法；
- 增加质量保证和质量控制章节。

自本标准实施之日起，《大气固定污染源 镍的测定 石墨炉原子吸收分光光度法》（HJ/T 63.2-2001）、《大气固定污染源 镉的测定 石墨炉原子吸收分光光度法》（HJ/T 64.2-2001）有组织排放内容废止。

本标准由生态环境部生态环境监测司、法规与标准司组织制订。

本标准主要起草单位：天津市生态环境监测中心、山东省淄博生态环境监测中心。

本标准验证单位：湖北省生态环境监测中心站、广西壮族自治区生态环境监测中心、天津市滨海新区生态环境监测中心、华测检测认证集团北京有限公司、国检测试控股集团京诚检测有限公司、天津市宇相津准科技有限公司、天津市环科检测技术有限公司。

本标准生态环境部 202□年□□月□□日批准。

本标准自 202□年□□月□□日起实施。

本标准由生态环境部解释。

固定污染源废气 铜、镍、镉的测定 石墨炉原子吸收分光光度法

警告：实验过程中使用的镉及其化合物毒性较强、镍及其化合物具有一定致癌性，硝酸和高氯酸具有强腐蚀性和强氧化性，样品前处理过程应在通风橱内操作，按要求佩戴防护器具，避免接触皮肤和衣物。

1 适用范围

本标准规定了测定固定污染源有组织排放废气颗粒物中铜、镍、镉的石墨炉原子吸收分光光度法。

本标准适用于固定污染源有组织排放废气颗粒物中铜、镍、镉的测定。

采样量为 0.600 m^3 （标准状态），消解定容体积为 50 ml 时，铜、镍、镉的检出限分别为 $0.2\text{ }\mu\text{g/m}^3$ 、 $0.2\text{ }\mu\text{g/m}^3$ 、 $0.01\text{ }\mu\text{g/m}^3$ ，测定下限分别为 $0.8\text{ }\mu\text{g/m}^3$ 、 $0.8\text{ }\mu\text{g/m}^3$ 、 $0.04\text{ }\mu\text{g/m}^3$ 。

2 规范性引用文件

本标准引用了下列文件或其中的条款。凡是注明日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本标准。凡是未注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

GB/T 16157 固定污染源排气中颗粒物测定与气态污染物采样方法

HJ/T 48 烟尘采样器技术条件

HJ/T 397 固定源废气监测技术规范

3 方法原理

样品中的颗粒物用酸消解后注入石墨炉原子化器中，经高温原子化，形成目标元素的基态原子蒸气，对相应元素的锐线光源或连续光源发射的特征谱线产生选择性吸收，在一定范围内其吸光度与质量浓度成正比。

4 试剂和材料

除非另有说明分析时均使用符合国家标准的优级纯试剂，实验用水为新制备的去离子水或相当纯度的水。

4.1 硝酸（ HNO_3 ）： $\rho=1.42\text{ g/ml}$ ， $w\in[65.0\%,68.0\%]$ 。

4.2 高氯酸（ HClO_4 ）： $\rho=1.68\text{ g/ml}$ 。

4.3 盐酸（ HCl ）： $\rho=1.18\text{ g/ml}$ ， $w\in[36.0\%,38.0\%]$ 。

4.4 金属铜： $w(\text{Cu})\geq 99.99\%$ 。

4.5 金属镍： $w(\text{Ni})\geq 99.99\%$ 。

4.6 金属镉： $w(\text{Cd})\geq 99.99\%$ 。

4.7 硝酸溶液 I。

硝酸（4.1）和水以 1:1 的体积比混合。

4.8 硝酸溶液Ⅱ。

硝酸（4.1）和水以 1:99 的体积比混合。

4.9 硝酸-盐酸混合溶液。

于约 500 ml 水中加入 55.5 ml 硝酸（4.1）及 167.5 ml 盐酸（4.3），再用水稀释至 1 L。

4.10 铜标准贮备液： $\rho(\text{Cu})=1000 \text{ mg/L}$ 。

称取 1.0000 g（精确到 0.0001 g）金属铜（4.4），用 30 ml 硝酸溶液Ⅰ（4.7）加热溶解，冷却后用水定容至 1 L。贮存于聚乙烯瓶内，4℃以下冷藏保存，有效期 2 a。或直接购买市售有证标准物质。

4.11 铜标准中间液： $\rho(\text{Cu})=10.0 \text{ mg/L}$ 。

准确移取铜标准贮备液（4.10）5.00 ml 于 500 ml 容量瓶中，用硝酸溶液Ⅱ（4.8）定容至标线，摇匀。贮存于聚乙烯瓶内，4℃以下冷藏保存，有效期 1 a。

4.12 铜标准使用液： $\rho(\text{Cu})=100.0 \text{ }\mu\text{g/L}$ 。

准确移取铜标准中间液（4.11）5.00 ml 于 500 ml 容量瓶中，用硝酸溶液Ⅱ（4.8）定容至标线，摇匀。贮存于聚乙烯瓶内，4℃以下冷藏保存，有效期 3 个月。

4.13 镍标准贮备液： $\rho(\text{Ni})=1000 \text{ mg/L}$ 。

称取 1.0000 g（精确到 0.0001 g）金属镍（4.5），用 30 ml 硝酸溶液Ⅰ（4.7）加热溶解，冷却后用水定容至 1 L。贮存于聚乙烯瓶内，4℃以下冷藏保存，有效期 2 a。或直接购买市售有证标准物质。

4.14 镍标准中间液： $\rho(\text{Ni})=10.0 \text{ mg/L}$ 。

准确移取镍标准贮备液（4.13）5.00 ml 于 500 ml 容量瓶中，用硝酸溶液Ⅱ（4.8）定容至标线，摇匀。贮存于聚乙烯瓶内，4℃以下冷藏保存，有效期 1 a。

4.15 镍标准使用液： $\rho(\text{Ni})=100.0 \text{ }\mu\text{g/L}$ 。

准确移取镍标准中间液（4.14）5.00 ml 于 500 ml 容量瓶中，用硝酸溶液Ⅱ（4.8）定容至标线，摇匀。贮存于聚乙烯瓶内，4℃以下冷藏保存，有效期 3 个月。

4.16 镉标准贮备液： $\rho(\text{Cd})=1000 \text{ mg/L}$ 。

称取 1.0000 g（精确到 0.0001 g）金属镉（4.6），用 30 ml 硝酸溶液Ⅰ（4.7）溶解，用水定容至 1 L。贮存于聚乙烯瓶内，4℃以下冷藏保存，有效期 2 a。或直接购买市售有证标准物质。

4.17 镉标准中间液： $\rho(\text{Cd})=10.0 \text{ mg/L}$ 。

准确移取镉标准贮备液（4.16）5.00 ml 于 500 ml 容量瓶中，用硝酸溶液Ⅱ（4.8）定容至标线，摇匀。贮存于聚乙烯瓶内，4℃以下冷藏保存，有效期 1 a。

4.18 镉标准使用液： $\rho(\text{Cd})=10.0 \text{ }\mu\text{g/L}$ 。

准确移取镉标准中间液（4.17）0.50 ml 于 500 ml 容量瓶中，用硝酸溶液Ⅱ（4.8）定容至标线，摇匀。贮存于聚乙烯瓶内，4℃以下冷藏保存，有效期 3 个月。

4.19 氩气：纯度 $\geq 99.99\%$ 。

4.20 滤筒：石英滤筒，对粒径大于 0.3 μm 颗粒物的阻留效率不低于 99.9%。

5 仪器和设备

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的 A 级玻璃器皿。

5.1 烟尘采样器：采样流量为 5 L/min~60 L/min，其性能和技术指标符合 HJ/T 48 的规定。

5.2 石墨炉原子吸收分光光度计：具有背景校正功能。

- 5.3 石墨管：热解涂层石墨管。
- 5.4 光源：铜、镍、镉元素锐线光源或连续光源。
- 5.5 电热板消解装置：温控电热板，温控精度 $\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
- 5.6 微波消解装置：由微波消解仪、微波消解容器、旋转盘等组成，具有温度控制和程序升温功能。
- 5.7 抽滤装置：循环水式多用真空泵，压力量程为 $-0.1\text{ MPa}\sim 0\text{ MPa}$ 。
- 5.8 陶瓷剪刀。
- 5.9 一般实验室常用仪器和设备。

6 样品

6.1 样品的采集

布点、采样过程按照 GB/T 16157 及 HJ/T 397 中相关规定执行。采样时，将滤筒（4.20）装入采样管头部的滤筒夹内，并检查系统的气密性。将装有滤筒的采样管伸入排气筒内的采样点，开启烟尘采样器（5.1）进行等速采样，采集的样品体积不少于 0.600 m^3 （标准状态下干烟气）。

6.2 样品的保存

采样完毕，小心取出滤筒（6.1）将封口向内折叠，竖直放回原滤筒盒内，带回实验室放入干燥器中保存。

6.3 现场空白

取与样品相同批次的空白滤筒（4.20）带至采样现场，不连接采样器，并与样品在相同的条件下保存、运输。

6.4 试样的制备

6.4.1 电热板消解法

用陶瓷剪刀（5.8）将滤筒（6.1）剪碎，置于 150 ml 锥形瓶中，用少量水润湿，加入 30 ml 硝酸（4.1）和 1 ml 高氯酸（4.2）（以酸液浸过样品为宜，不足时加硝酸（4.1）；对于有机物含量较高的试样，可增加高氯酸（4.2）用量），瓶口插入一短颈玻璃漏斗，在电热板（5.5）上加热至沸腾，蒸至近干时取下冷却。再加 10 ml 硝酸（4.1），继续加热至近干，稍微冷却。加少量水静置 0.5 h 浸提，抽滤（5.7），用水定容至 50.0 ml ，摇匀，待测。

注 1：在试样溶液蒸至近干时，温度不宜过高，以免迸溅。

注 2：在满足本方法原理和质量控制要求的前提下，经验证后可使用其他手动或自动消解方法。

6.4.2 微波消解法

用陶瓷剪刀（5.8）将滤筒（6.1）剪碎，置于微波消解罐中，加入 25.0 ml 硝酸-盐酸混合溶液（4.9），使滤筒碎片浸没其中，盖上消解盖， $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下消解 15 min 。消解结束后，取出消解罐组件，冷却，以水淋洗消解罐内壁，加入约 10 ml 水，静置 0.5 h 浸提，抽滤（5.7），用水定容至 50.0 ml ，摇匀，待测。

6.5 空白试样的制备

6.5.1 现场空白试样制备

将现场空白样品（6.3），按照试样的制备（6.4）相同的步骤，制备现场空白试样。

6.5.2 实验室空白试样制备

取与样品相同批次的空白滤筒（4.20），按照试样的制备（6.4）相同的步骤，制备实验室空白试样。

7 分析步骤

7.1 仪器参考测量条件

根据仪器使用说明书调节仪器至最佳工作状态，仪器参考测量条件见表 1。

表 1 仪器参考测量条件

目标元素	铜	镍	镉
测定波长（nm）	324.7	232.0	228.8
灯电流（mA）	4.0	4.0	8.0
通带宽度（nm）	0.7	0.2	0.7
干燥温度（℃）/时间（s）	110/30 130/30		
灰化温度（℃）/时间（s）	1100/20	1200/20	500/20
原子化温度（℃）/时间（s）	2000/5	2400/5	1500/4
除残温度（℃）/时间（s）	2450/3		
原子化阶段是否停气	是	是	是
氩气流速（ml/min）	250	250	250
进样量（μl）	20	20	20
积分方式	峰面积		
背景校正方式	塞曼、氘灯等背景校正方式		

7.2 标准曲线的建立

铜和镍：分别移取 0.00 ml、2.50 ml、5.00 ml、10.0 ml、15.0 ml、20.0 ml 铜标准使用液（4.12），镍标准使用液（4.15）分别置于 50 ml 容量瓶中，用硝酸溶液 II（4.8）定容至标线，摇匀。此标准系列浓度（含铜、镍）为 0.00 μg/L、5.00 μg/L、10.0 μg/L、20.0 μg/L、30.0 μg/L、40.0 μg/L。按照仪器参考测量条件（7.1）调节至最佳工作状态，由低浓度到高浓度依次进样分析。以标准系列溶液中铜、镍的质量浓度为横坐标，其对应的吸光度为纵坐标，建立铜、镍标准曲线。

镉：分别移取 0.00 ml、1.50 ml、3.00 ml、5.00 ml、7.50 ml、10.0 ml 镉标准使用液（4.18）于 50 ml 容量瓶中，用硝酸溶液 II（4.8）定容至标线，摇匀。此标准系列（含镉）为 0.00 μg/L、0.30 μg/L、0.60 μg/L、1.00 μg/L、1.50 μg/L、2.00 μg/L。按照仪器参考测量条件（7.1）调节至最佳工作状态，由低浓度到高浓度依次进样分析。以标准系列中镉的质量浓度为横坐标，其对应的吸光度为纵坐标，建立镉的标准曲线。

7.3 试样的测定

按照与标准曲线建立（7.2）相同的测量条件（7.1）测定试样。若试样浓度超出标准曲线范围，应将试样用硝酸溶液 II（4.8）稀释后重新测定。

7.4 空白试样的测定

按照与试样测定（7.3）相同的分析条件测定空白试样。

8 结果计算与表示

8.1 结果计算

滤筒中目标元素的浓度，按照公式（1）计算：

$$\rho = \frac{(\rho_i - \rho_0) \times D \times V}{V_{nd} \times 1000} \quad (1)$$

式中： ρ ——样品中目标元素的浓度， $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ；

ρ_i ——试样中目标元素的浓度， $\mu\text{g}/\text{L}$ ；

ρ_0 ——空白试样中目标元素的浓度， $\mu\text{g}/\text{L}$ ；

D ——试样稀释倍数；

V ——试样定容体积，ml；

V_{nd} ——标准状态下（273.15 K，101.325 kPa）干烟气的采样体积， m^3 。

1000——ml 转换为 L 的单位换算系数。

8.2 结果表示

测定结果小数位数与方法检出限保留一致，最多保留 3 位有效数字。

9 准确度

9.1 精密度

7 家实验室分别对铜质量浓度为 0.502 mg/L、1.51 mg/L、2.51 mg/L 的飞灰标准物质重复测定 6 次：实验室内相对标准偏差分别为 1.1%~9.4%、0.7%~3.3%、1.0%~5.9%，实验室间相对标准偏差分别为 5.6%、7.3%、6.2%，重复性限分别为 5.0 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 、8.2 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 、21 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ，再现性限分别为 9.2 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 、33 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 、48 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 。

7 家实验室分别对镍质量浓度为 0.069 mg/L、0.206 mg/L、0.344 mg/L 的飞灰标准物质重复测定 6 次：实验室内相对标准偏差分别为 1.4%~6.4%、1.1%~14%、1.3%~12%，实验室间相对标准偏差分别为 8.9%、8.0%、8.3%，重复性限分别为 0.7 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 、3.4 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 、5.0 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ，再现性限分别为 1.9 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 、5.9 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 、9.6 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 。

7 家实验室分别对镉质量浓度为 0.031 mg/L、0.094 mg/L、0.157 mg/L 的飞灰标准物质重复测定 6 次：实验室内相对标准偏差分别为 1.7%~11%、1.4%~5.6%、0.7%~6.0%；镉实验室间相对标准偏差

分别为 4.8%、5.3%、6.5%；镉重复性限分别为 $0.4 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $0.8 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $1.2 \mu\text{g}/\text{m}^3$ ；镉再现性限分别为 $0.6 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $1.6 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $3.2 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 。

7 家实验室分别对铜质量浓度为 $1.73 \text{ mg}/\text{L}$ 、 $5.19 \text{ mg}/\text{L}$ 、 $8.72 \text{ mg}/\text{L}$ 飞灰统一实际样品重复测定 6 次：实验室内相对标准偏差分别为 0.6%~8.0%、1.5%~6.0%、1.2%~2.1%，实验室间相对标准偏差分别为 14%、15%、13%，重复性限分别为 $16 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $36 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $34 \mu\text{g}/\text{m}^3$ ，再现性限分别为 $69 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $203 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $296 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 。

7 家实验室分别对镍质量浓度为 $0.083 \text{ mg}/\text{L}$ 、 $0.255 \text{ mg}/\text{L}$ 、 $0.426 \text{ mg}/\text{L}$ 飞灰统一实际样品重复测定 6 次：实验室内相对标准偏差分别为 1.1%~7.7%、1.2%~8.8%、0.9%~10%，实验室间相对标准偏差分别为 6.6%、5.6%、9.6%，重复性限分别为 $0.7 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $2.6 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $4.9 \mu\text{g}/\text{m}^3$ ，再现性限分别为 $1.8 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $4.8 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $13 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 。

7 家实验室分别对镉质量浓度为 $0.453 \text{ mg}/\text{L}$ 、 $1.37 \text{ mg}/\text{L}$ 、 $2.26 \text{ mg}/\text{L}$ 飞灰统一实际样品重复测定 6 次：实验室内相对标准偏差分别为 0.9%~5.3%、1.8%~5.1%、1.4%~4.5%，实验室间相对标准偏差分别为 7.7%、11%、9.3%；重复性限分别为 $3.6 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $13 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $17 \mu\text{g}/\text{m}^3$ ，再现性限分别为 $9.9 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $40 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $59 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 。

精密度结果参见附录 A 中表 A.1 和表 A.2。

9.2 正确度

7 家实验室分别对铜质量浓度为 $0.502 \text{ mg}/\text{L}$ 、 $1.51 \text{ mg}/\text{L}$ 、 $2.51 \text{ mg}/\text{L}$ 的飞灰标准物质重复测定 6 次：相对误差分别为 -5.2%~6.8%、-6.8%~2.8%、-5.6%~8.8%，相对误差最终值分别为 $1.1\% \pm 7.8\%$ 、 $0.2\% \pm 7.2\%$ 、 $1.3\% \pm 9.6\%$ 。

7 家实验室分别对镍质量浓度为 $0.069 \text{ mg}/\text{L}$ 、 $0.206 \text{ mg}/\text{L}$ 、 $0.344 \text{ mg}/\text{L}$ 的飞灰标准物质重复测定 6 次：相对误差分别为 -2.9%~9.1%、-4.4%~13%、-4.9%~18%，相对误差最终值分别为 $2.9\% \pm 12\%$ 、 $4.3\% \pm 13\%$ 、 $3.4\% \pm 16\%$ 。

7 家实验室分别对镉质量浓度为 $0.031 \text{ mg}/\text{L}$ 、 $0.094 \text{ mg}/\text{L}$ 、 $0.157 \text{ mg}/\text{L}$ 的飞灰标准物质重复测定 6 次：相对误差分别为 -5.8%~8.3%、-8.2%~7.7%、-6.6%~8.3%，相对误差最终值分别为 $1.2\% \pm 10\%$ 、 $1.2\% \pm 13\%$ 、 $1.0\% \pm 13\%$ 。

7 家实验室分别对铜质量浓度为 $1.73 \text{ mg}/\text{L}$ 、 $5.19 \text{ mg}/\text{L}$ 、 $8.72 \text{ mg}/\text{L}$ 的飞灰统一实际样品重复测定 6 次：加标回收率分别为 80.8%~118%、79.8%~124%、80.3%~118%。加标回收率最终值为 $101\% \pm 27.6\%$ 、 $99.5\% \pm 28.0\%$ 、 $100\% \pm 24.7\%$ 。

7 家实验室分别对镍质量浓度为 $0.083 \text{ mg}/\text{L}$ 、 $0.255 \text{ mg}/\text{L}$ 、 $0.426 \text{ mg}/\text{L}$ 的飞灰统一实际样品重复测定 6 次：加标回收率分别为 96.9%~116%、93.9%~111%、93.4%~121%。加标回收率最终值为 $107\% \pm 14.0\%$ 、 $104\% \pm 11.5\%$ 、 $106\% \pm 19.9\%$ 。

7 家实验室分别对镉质量浓度为 $0.453 \text{ mg}/\text{L}$ 、 $1.37 \text{ mg}/\text{L}$ 、 $2.26 \text{ mg}/\text{L}$ 的飞灰统一实际样品重复测定 6 次：加标回收率分别为 83.2%~107%、81.6%~113%、80.3%~107%。加标回收率最终值为 $96.5\% \pm 14.8\%$ 、 $97.9\% \pm 19.9\%$ 、 $96.9\% \pm 17.7\%$ 。

正确度结果参见附录 A 中表 A.3 和表 A.4。

10 质量保证和质量控制

10.1 空白试验

每批样品应至少分析 1 个现场空白和 1 个实验室空白。空白样品中目标元素的测定值应低于测定下限。

10.2 标准曲线

标准曲线回归方程的相关系数应 ≥ 0.995 。

10.3 连续校准

每 20 个样品或每批次样品（少于 20 个）应至少分析 1 个标准曲线中间点浓度的标准溶液，其测定结果与标准曲线该点浓度的相对误差应在 $\pm 10\%$ 范围内。否则，应找出原因予以纠正，并待仪器稳定后重新建立标准曲线。

附 录 A
(资料性附录)
方法的精密度和正确度

7 家实验室分别对 3 个不同质量的飞灰标准物质进行测定,各目标元素的方法精密度结果见表 A.1。

表 A. 1 飞灰标准物质方法精密度

元素名称	加标浓度 (mg/L)	平均测定值 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	实验室内相对 标准偏差 (%)	实验室间相对 标准偏差 (%)	重复性限 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	再现性限 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
铜	0.502	41.8	1.1~9.4	5.6	5.0	9.2
	1.51	123	0.7~3.3	7.3	8.2	33
	2.51	207	1.0~5.9	6.2	21	48
镍	0.069	5.8	1.4~6.4	8.9	0.7	1.9
	0.206	18.0	1.1~14	8.0	3.4	5.9
	0.344	29.4	1.3~12	8.3	5.0	9.6
镉	0.031	2.72	1.7~11	4.8	0.4	0.6
	0.094	8.03	1.4~5.6	5.3	0.8	1.6
	0.157	13.3	0.7~6.0	6.5	1.2	3.2

7 家实验室分别对 3 个不同质量的飞灰实际样品进行测定,各目标元素的方法精密度结果见表 A.2。

表 A. 2 飞灰实际样品方法精密度

元素名称	加标浓度 (mg/L)	平均测定值 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	实验室内相对 标准偏差 (%)	实验室间相对 标准偏差 (%)	重复性限 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	再现性限 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
铜	1.73	141	0.6~8.0	14	16	69
	5.19	424	1.5~6.0	15	36	203
	8.72	708	1.2~2.1	13	34	296
镍	0.083	7.3	1.1~7.7	6.6	0.7	1.8
	0.255	21.6	1.2~8.8	5.6	2.6	4.8
	0.426	36.0	0.9~10	9.6	4.9	13
镉	0.453	37.1	0.9~5.3	7.7	3.6	9.9
	1.37	114	1.8~5.1	11	13	40
	2.26	186	1.4~4.5	9.3	17	59

7 家实验室分别对 3 个不同质量的飞灰标准物质进行测定，测得的各目标元素的方法正确度结果见表 A.3。

表 A. 3 飞灰标准物质方法正确度

元素名称	加标浓度 (mg/L)	平均测定值 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	相对误差 (%)	相对误差最终值 (%)
铜	0.502	41.8	-5.2~6.8	1.1 ± 7.8
	1.51	123	-6.8~2.8	0.2 ± 7.2
	2.51	207	-5.6~8.8	1.3 ± 9.6
镍	0.069	5.8	-2.9~9.1	2.9 ± 12
	0.206	18.0	-4.4~13	4.3 ± 13
	0.344	29.4	-4.9~18	3.4 ± 16
镉	0.031	2.72	-5.8~8.3	1.2 ± 10
	0.094	8.03	-8.2~7.7	1.2 ± 13
	0.157	13.2	-6.6~8.3	1.0 ± 13

7 家实验室分别对 3 个不同质量的飞灰实际样品进行测定，测得的各目标元素的方法正确度结果见表 A.4。

表 A. 4 飞灰实际样品方法正确度

元素名称	加标浓度 (mg/L)	平均测定值 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	加标回收率范围 (%)	加标回收率最终值 (%)
铜	1.73	141	80.8~118	101 ± 27.6
	5.19	424	79.8~124	99.5 ± 28.0
	8.72	708	80.3~118	100 ± 24.7
镍	0.083	7.3	96.9~116	107 ± 14.0
	0.255	21.6	93.9~111	104 ± 11.5
	0.426	36.0	93.4~121	106 ± 19.9
镉	0.453	37.1	83.2~107	96.5 ± 14.8
	1.37	114	81.6~113	97.9 ± 19.9
	2.26	186	80.3~107	96.9 ± 17.7