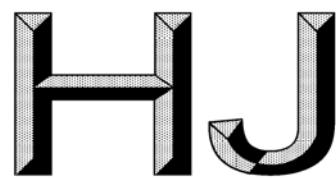


附件 2



中华人民共和国国家环境保护标准

HJ□□□-20□□

固体废物 金属元素的测定 电感耦合 等离子体质谱法

Solid Waste-Determination of Inorganic Elements - Microwave Acid-soluble
/ Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometer

(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 术语和定义.....	1
4 方法原理.....	2
5 干扰和消除.....	2
6 试剂和材料.....	2
7 仪器和设备.....	3
8 样品.....	4
9 分析步骤.....	5
10 结果计算与表示.....	6
11 精密度和准确度.....	6
12 质量保证和质量控制.....	7
13 废弃物的处理.....	7
14 注意事项.....	7
附录 A（规范性附录）方法的检出限和测定下限.....	8
附录 B（资料性附录）多原子离子的干扰及干扰校正的数学方程.....	10
附录 C（资料性附录）方法的精密度和准确度.....	12

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防治法》，保护环境，保障人体健康，规范固体废物中金属元素的监测方法，制定本标准。

本标准规定了测定固体废物和固体废物浸出液中金属元素的电感耦合等离子体质谱法。

本标准为首次发布。

本标准附录 A 为规范性附录，附录 B、附录 C 为资料性附录。

本标准由环境保护部科技标准司组织制订。

本标准主要起草单位：青岛市环境监测中心站、环境保护部环境标准研究所

本标准验证单位：黑龙江省环境监测中心站、济南市环境监测中心站、哈尔滨市环境监测中心站、烟台市环境监测中心站、枣庄市环境监测站、青岛经济技术开发区供排水监测站

本标准环保部 20□□年□□月□□日批准。

本标准自 20□□年□□月□□日起实施。

本标准由环境保护部解释。

固体废物 金属元素的测定 电感耦合等离子体质谱法

警告：实验中使用的硝酸、盐酸具有强挥发性，操作时应按规定要求佩戴防护用品，溶液配制及样品预处理过程应在通风橱中进行操作。

1 适用范围

本标准规定了测定固体废物和固体废物浸出液中金属元素的电感耦合等离子体质谱法。

本标准适用于固体废物和固体废物浸出液中银 (Ag)、砷 (As)、钡 (Ba)、铍 (Be)、镉 (Cd)、钴 (Co)、铬 (Cr)、铜 (Cu)、锰 (Mn)、钼 (Mo)、镍 (Ni)、铅 (Pb)、锑 (Sb)、硒 (Se)、铊 (Tl)、钒 (V)、锌 (Zn) 17 种金属元素的测定。若通过验证，本标准也可适用于其它金属元素的测定。

当固体废物样品量在 0.100 g 时，17 种金属元素的方法检出限为 0.60mg/kg ~7.2g/kg，测定下限为 2.4 mg /kg ~28.8mg /kg。固体废物浸出液体积为 25 ml 时，17 种金属元素的方法检出限为 1.2 μg/L ~12 μg/L，测定下限为 4.8 μg/L ~48 μg/L。各元素的方法检出限详见附录 A。

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。

GB5086.1	固体废物 浸出毒性浸出方法 翻转法
HJ 557	固体废物 浸出毒性浸出方法 水平振荡法
HJ 613	土壤 干物质和水分的测定 重量法
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

3 术语和定义

下列的术语和定义适用于本标准

3.1 校准空白溶液 Calibration Blank

其组成应与稀释标准溶液使用的溶液相同，本标准为 1%的硝酸溶液。

3.2 试剂空白溶液 Reagent Blank

含有与制样过程中所使用的同样体积的所有试剂。试剂空白必须经过试样的全部处理过程，且其最终酸浓度与分析用试样溶液完全相同。

3.3 洗涤空白溶液 Rinse Blank

本标准洗涤空白溶液是浓度为 5%的硝酸溶液，主要用于冲洗仪器系统中可能来自于前一次测定的残留物。

4 方法原理

固体废物浸出液或固体废物加酸经微波消解处理成试样后，利用雾化器将试样输送至电感耦合等离子体中受热后，经过蒸发、解离、原子化、电离等过程转化为带正电荷的离子，该离子经离子采集系统进入质谱仪进行检测。根据元素的质谱峰图或特征离子进行定性、内标法定量。

5 干扰和消除

5.1 质谱型干扰

质谱型干扰主要包括同量异位素重叠干扰、多原子离子重叠干扰、氧化物和双电荷干扰等。消除同量异位素的干扰可以使用数学方程式进行校正或在分析前对样品进行化学分离。但最主要的方法是使用数学方程式进行校正，本标准在附录 B-2 中给出主要干扰校正方程。

多原子离子重叠干扰是样品本身和等离子体本身中未完全分解的分子发生电离等，在离子化时相互结合，形成多原子离子。在实际分析中，只有少数的这种离子才会产生严重的干扰效应。多原子离子干扰可以利用数学校正方程、仪器优化以及碰撞反应池技术加以解决。

氧化物和双电荷干扰是由于样品基体不完全解离或由于在等离子体尾焰中解离元素再结合而产生的，通过调节仪器参数可以降低影响。

5.2 非质谱型干扰

非质谱型干扰主要包括基体抑制干扰、空间电荷效应干扰、物理效应干扰等。非质谱型干扰程度与样品基体性质有关，通过内标法、仪器条件最佳化等措施可以消除。

6 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化学试剂，实验用水为新制备的去离子水。

6.1 浓盐酸： $\rho(\text{HCl}) = 1.19\text{mg/L}$ 。

优级纯或高纯（如微电子级）。

6.2 浓硝酸： $\rho(\text{HNO}_3) = 1.42\text{g/ml}$

优级纯或高纯（如微电子级）。

6.3 1%硝酸溶液：1+99。

6.4 5%硝酸溶液：5+95。

6.5 标准溶液

6.5.1 单元素标准储备溶液： $\rho = 1.00\text{mg/ml}$ 。

可用高纯度的金属（纯度大于 99.99%）或金属盐类（基准或高纯试剂）配制成 1.00mg/ml 含 1%硝酸（6.3）的标准储备溶液。也可购买有证标准溶液。

6.5.2 多元素标准储备溶液： $\rho = 10.00\text{mg/L}$ 。

取适量的单元素标准储备溶液（6.5.1），用 1%硝酸溶液（6.3）稀释。也可购买有证标准溶液。

6.5.3 多元素标准使用溶液： $\rho = 1.00\text{mg/L}$ 。

用含 1.0%硝酸（6.3）溶液稀释标准储备溶液（6.5.2）。

6.5.4 内标标准储备溶液： $\rho = 50.0\mu\text{g/L}$ 。

宜选用 ${}^6\text{Li}$, ${}^{103}\text{Rh}$, ${}^{209}\text{Bi}$ 为内标元素。可直接购买有证标准溶液，或用高浓度标准溶液稀释，溶液介质为 1%硝酸。

6.4.5 质谱仪调谐溶液： $\rho = 100\mu\text{g/L}$ 。

宜选用含有 Li、Be、Mg、Co、In、Tl 和 Pb 元素为质谱仪的调谐溶液。可直接购买有证标准溶液，或用高浓度标准溶液稀释，溶液介质为 1%硝酸。

注：所有元素的标准溶液配制后均应在密封的聚乙烯或聚丙烯瓶中保存。

6.5 氩气：纯度不低于 99.99%。

7 仪器和设备

7.1 电感耦合等离子体质谱仪

能够扫描的质量范围为 5~250 amu，在 10%峰高时分辨率应优于 1.0 amu。

7.2 微波消解装置

7.2.1 微波消解装置：具备程式化功率设定功能，可提供至 1000-1600W 的输出功率。

7.2.2 微波消解罐：聚四氟乙烯 PFA 或同等材质，可抗压、耐酸和耐腐蚀，具有泄压功能。

7.2.3 旋转盘：在微波消解装置样品盘应具有旋转功能，以确保样品接受微波的均匀性。

7.3 振荡器

7.3.1 翻转式振荡器：转速为 30 ± 2 r/min 的翻转式振荡器。

7.3.2 往复式水平振荡器：频率可调的往复式水平振荡器。

7.3.3 提取瓶：2L 具螺盖和内盖的玻璃或聚乙烯的广口瓶。

7.4 分析天平：精度 0.01g。

- 7.5 万分之一天平：精确到 0.0001g。
- 7.6 尼龙筛：孔径 0.15mm。
- 7.7 小口试剂瓶：聚四氟乙烯或聚丙烯瓶，螺旋封口，容积 125~250 ml。
- 7.8 玻璃量筒：A 级，25 ml。
- 7.9 聚乙烯或聚丙烯瓶：100ml。
- 7.10 一般实验室常用仪器和设备。

8 样品

8.1 采集与保存

按照 HJ/T 20 和 HJ/T 298 的相关规定对固体废物进行样品的采集和保存。采集样品的工具应使用木铲或聚乙烯采样的工具，固体样品分析前不需要处理，只需在 4℃ 保存。

8.2 试样的制备

8.2.1 浸出液试样的制备

8.2.1.1 浸出液的制备

根据监测目的和监测项目的要求，分别按 HJ/T299、HJ/T300、HJ577、GB5086.1 的规定制备固体废物浸出液。固体废物的浸出液如不能尽快进行分析，应加浓硝酸(6.2)酸化至 $\text{pH}<2$ ，并尽快消解。

8.2.1.2 浸出液的消解

用量筒量取 25.0 ml 浸出液倒入消解罐中，加入 1 ml 浓盐酸(6.1)和 4 ml 浓硝酸(6.2)，将消解罐放入微波消解仪，设定程序，使样品在 10 min 内升高到 165℃，并在 165℃ 保持 10 min。冷却至室温，在通风橱中小心打开消解罐的盖子。将消解罐在 150℃ 敞口赶酸，至内容物蒸干，冷却后，将消解液转移至 50ml 的比色管中，用去离子水定容至 50 ml，取上清液测试。若测定铈，则将消解液直接转移至 50ml 的比色管中，用去离子水定容至 50 ml，取上清液测试。同时做全程序空白。若金属元素的浓度超出线性范围，应适当将样品进行稀释。

8.2.2 全消解液的制备

使用万分之一天平(7.5)准确称取 0.1-0.2g 经过筛(7.6)及干燥恒重后的样品倒入消解罐(7.2.2)中，加入 4 ml 浓硝酸(6.2)和 1 ml 浓盐酸(6.1)，将消解罐放入微波消解装置(7.2.1)，设定程序，使样品在 10min 内升高到 175℃，并在 175℃ 保持 20min，冷却至室温。在通风橱中小心打开消解罐的盖子，将消解罐在 150℃ 敞口赶酸，至内容物近干，冷却后，将消解液转移至 50ml 的比色管中，用去离子水定容至刻度，取上清液测试。若测定铈，则将消解液直接转移至 50ml 的比色管中，用去离子水定容至刻度，取上清液测试。同时做全程序空白。

若金属元素的浓度超出线性范围，应适当将样品进行稀释后测定。

注：微波消解时，在加入溶液、固体和酸体系后，应盖紧消解罐并称量（精确到 0.01g），样品消解后待消解罐冷却到室温后，称重，记录下每个罐的重量。如果消解后的重量比消解前的重量减少超过 10%，舍弃该样品，并查找原因，重新消解该样品至满足要求。

8.2.3 含水率的测定

对于全消解的样品，按照 HJ613 的规定测定含水率。

9 分析步骤

9.1 仪器的操作条件

不同型号的仪器其最佳工作条件不同，应按照仪器使用说明书进行操作。

9.2 仪器调谐

点燃等离子体后，仪器需预热稳定 30 分钟。然后用质谱仪调谐溶液进行仪器的调谐。质谱仪必须至少调谐 4 次，以确认所测定的调谐溶液中所含元素信号强度的相对标准偏差 $\leq 5\%$ 。必须针对待测元素所涵盖的质量数范围进行质量校正和分辨率校验，如质量校正结果与真实值差别超过 0.1amu 以上或分析信号的分辨率在 5%波峰高度时的宽度约为 1amu 以上时，应依照仪器使用说明书的要求对质谱进行校正。

9.3 校准曲线的绘制

在容量瓶中依次配制一系列待测元素标准溶液。取一定体积的标准使用液（6.3.3），使用 1%硝酸（6.3）溶液进行稀释，浓度分别为 0 $\mu\text{g/L}$ 、10.0 $\mu\text{g/L}$ 、20.0 $\mu\text{g/L}$ 、50.0 $\mu\text{g/L}$ 、100.0 $\mu\text{g/L}$ 、500 $\mu\text{g/L}$ 。内标标准溶液（6.4.4）可直接加入各样品中，也可在样品雾化之前通过蠕动泵自动加入，使溶液中内标的浓度为 50.0 $\mu\text{g/L}$ 。用 ICP-MS 进行测定，建立校准曲线。校准曲线的浓度范围可根据测量需要进行调整。

注：在确定了曲线的线性范围后，每天可使用一个校准空白和三个浓度点建立校准曲线，曲线的浓度应涵盖样品测定范围。

9.4 测定

每个试样测定前，先用洗涤空白溶液冲洗系统直到信号降至最低（通常约 30 秒），待分析信号稳定后（通常约 30 秒）才可开始测定。试样测定时应加入内标标准品溶液（6.4.4）。若样品中待测元素浓度超出校准曲线范围，需经稀释后重新测定。

测定时，试样溶液中的酸浓度必须控制在 2%以内，以降低真空界面的损坏程度，并且减少各种同重多原子离子干扰。此外，当试样溶液中含有盐酸时，会存在多原子离子的干扰，可通过附录 B 中表 B-2 所列的校正方程进行校正，也可通

过反应池技术等手段进行校正。

9.5 空白实验

按照与试样相同的测定条件测定空白溶液。

10 结果计算与表示

10.1 浸出液元素浓度：

固体废物浸出液中元素的浓度按公式（1）进行计算。

$$\rho = \frac{\rho_1 \cdot V_1}{1000 \cdot V_2} \quad (1)$$

式中： ρ —浸出液中待测元素浓度（mg/L）；

ρ_1 —由校准曲线方程计算的被测元素的浓度（ $\mu\text{g/L}$ ）；

V_1 —定容体积（ml）；

V_2 —消解液体积（ml）。

10.2 全消解后元素的浓度按公式（2）计算：

$$\omega = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V_0}{m \times (1 - f)} \quad (2)$$

式中： ω —固体废物中金属元素的质量浓度，mg/kg

ρ_1 —由校准曲线计算试样中元素的质量浓度，mg/L，

ρ_0 —由校准曲线计算空白中元素的浓度，mg/L；

V_0 —消解后的定容体积，mL；

m —消解样品的重量，g；

f —含水率，%。

10.3 结果表示

测定结果保留三位有效数字。

11 精密度和准确度

11.1 精密度

6 个实验室分别对浸出液样品、全消解样品进行了测定。各元素的含量均值（ \bar{x} ）、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 ）、再现性限（ R ）见表 C-1。

11.2 准确度

6 个实验室分别对 Wibby 土壤 QC 样-TCLP（lot#7044-52、铬渣有证标准样品 ISS-1 进行了测定，相对误差（ RE_j ）和相对误差最终值（ $\overline{RE} \pm 2S_{RE}$ ）见表 C-2。

12 质量保证和质量控制

12.1 校准曲线：校准曲线的相关系数应大于 0.998。

12.2 内标的要求：在每次分析中必须监测内标的强度，试样中内标的响应值应大于校准曲线响应值的 70%以上，否则说明仪器响应发生漂移或有干扰产生，应查找原因进行重新分析。如果是基体干扰，需要进行稀释后测定。

12.3 全程序空白：对于每批样品的分析，至少应分析一个全程序空白。全程序空白值应符合下列的情况之一才能被认为是可接受的。（1）全程序空白值应低于方法检出限；（2）标准限值的 10%；（3）每一批样品最低测定值的 10%。

12.4 实验室控制样品：在处理的每批样品中，应在试剂空白中加入每种分析物质，其浓度应与校准曲线中间浓度相当，然后按照整个步骤进行预处理和测定，其加标回收率应在 80%~120%之间。也可以使用有证标准样品代替加标，其测定值应在标准要求的范围内。

12.5 基体加标和基体重复加标：每批样品应至少测定一个基体加标和一个基体重复加标，测定的加标回收率应在 75%~125%之间，两个加标样品测定值的偏差在 20%以内。

12.6 连续校准：每分析 10 个样品，应分析一次校准曲线中间浓度点，其测定结果与实际浓度值相对偏差应 $\leq 10\%$ ，否则应查找原因或重新建立校准曲线。每批样品分析完毕后，应进行一次曲线最低点的分析，其测定结果与实际浓度值相对偏差应 $\leq 30\%$ 。

13 废弃物的处理

实验室中产生的废液应调至碱性保存，委托有资质的单位进行处置。

14 注意事项

14.1 分析所用器皿均需用 (1+1) HNO_3 溶液浸泡 24h 后，用去离子水洗净后方可使用。

14.2 样品消解时，注意反应罐使用的温度压力限制，装配反应罐时必须检查各个连接部件的严密性。

14.3 当向消解罐加入酸溶液时，在盖上罐体之前应观察反应的进行情况，如果反应强烈，须在反应完全停止后才可将罐盖上。

14.4 对于怀疑污染严重的固体废物，事先最好先用半定量分析法扫描样品，确定其中的高浓度元素。由此获取的信息可以避免样品分析期间对检测器的潜在损害，同时鉴别浓度超过线性范围的元素。

附录 A

(规范性附录)

表 A-1 给出了 17 种金属元素和 3 种内标元素的定量离子、监测离子及各内标对应的待测元素。

表 A-1 各金属元素的定量离子、监测离子及各内标对应的待测元素

元素名称	类型	定量内标	定量离子	监测离子
锂 (Li)	内标	错误!未找到引用源。	6	—
铍 (Be)	待测元素	错误!未找到引用源。	9	—
铯 (Rh)	内标	错误!未找到引用源。	103	—
银 (Ag)	待测元素	错误!未找到引用源。	107	109
砷 (As)	待测元素	错误!未找到引用源。	75	—
钡 (Ba)	待测元素	错误!未找到引用源。	135	137, 138
硼 (B)	待测元素	错误!未找到引用源。	11	10
镉 (Cd)	待测元素	错误!未找到引用源。	114	111
铬 (Cr)	待测元素	错误!未找到引用源。	52	53, 50
钴 (Co)	待测元素	错误!未找到引用源。	59	—
铜 (Cu)	待测元素	错误!未找到引用源。	63	65
锰 (Mn)	待测元素	错误!未找到引用源。	55	—
钼 (Mo)	待测元素	错误!未找到引用源。	97	95
镍 (Ni)	待测元素	错误!未找到引用源。	60	61, 62
硒 (Se)	待测元素	错误!未找到引用源。	82	78, 76, 77
锑 (Sb)	待测元素	错误!未找到引用源。	123	121
铊 (Tl)	待测元素	错误!未找到引用源。	205	203
钒 (V)	待测元素	错误!未找到引用源。	51	50

锌 (Zn)	待测元素	错误! 未找到引用源。	66	68, 67
铋 (Bi)	内标	错误! 未找到引用源。	209	—
铅 (Pb)	待测元素	错误! 未找到引用源。	208	207, 206

表 A-2 给出测定固体废物全消解和浸出液时，各元素的方法检出限和测定下限。

表 A-2 各元素的方法检出限和定量下限

元素	检出限		测定下限	
	μg/L(浸出液)	mg/kg(全消解)	μg/L(浸出液)	mg/kg(全消解)
硒(Se)	2.1	1.1	8.4	4.4
钡(Ba)	4.6	2.3	18.4	9.2
铍(Be)	1.2	0.60	4.8	2.4
镉(Cd)	3.9	0.66	15.6	2.6
铬(Cr)	8.9	4.4	35.6	17.6
钴(Co)	2.2	1.1	8.8	4.4
铜(Cu)	3.2	1.6	12.8	6.4
铅(Pb)	6.2	3.1	24.8	12.4
锰(Mn)	5.8	2.9	23.2	11.6
钼(Mo)	2.5	1.3	10.0	5.2
镍(Ni)	14	7.2	56.0	28.8
银(Ag)	2.9	1.5	11.6	6.0
铊(Tl)	1.8	0.91	7.2	3.6
钒(V)	1.4	0.68	5.6	2.7
锌(Zn)	12	6.0	48.0	24.0
砷(As)	3.5	1.8	14.0	7.2
锑(Sb)	3.2	1.6	12.8	6.4

注：以上数据除锑 (Sb) 外，均为消解后经过赶酸步骤。

附录 B

(资料性附录)

表 B-1 给出 ICP/MS 测定各元素时，常见干扰测定的多原子离子。

表 B-1 ICP-MS 测定中常见的多原子离子干扰

多原子离子	质量	干扰元素	多原子离子	质量	干扰元素
NH ⁺	15	—	⁸¹ BrO ⁺	97	Mo
OH ⁺	17	—	⁸¹ BrOH ⁺	98	Mo
OH ₂ ⁺	18	—	⁸¹ ArBr ⁺	121	Sb
C ₂ ⁺	24	—	³⁵ ClO ⁺	51	V
CN ⁺	26	—	³⁵ ClOH ⁺	52	Cr
CO ⁺	28	—	³⁷ ClO ⁺	53	Cr
N ₂ ⁺	28	—	³⁷ ClOH ⁺	54	Cr
N ₂ H ⁺	29	—	Ar ³⁵ Cl ⁺	75	As
NO ⁺	30	—	Ar ³⁷ Cl ⁺	77	Se
NOH ⁺	31	—	³² SO ⁺	48	Ti
O ₂ ⁺	32	—	³² SOH ⁺	49	Ti
OH ⁺	33	—	³⁴ SO ⁺	50	V,Cr
³⁶ ArH ⁺	37	—	³⁴ SOH ⁺	51	V
³⁸ ArH ⁺	39	—	SO ₂ ⁺ , S ₂ ⁺	64	Zn
⁴⁰ ArH ⁺	41	—	Ar ³² S ⁺	72	—
CO ₂ ⁺	44	—	Ar ³⁴ S ⁺	74	—
CO ₂ H ⁺	45	Sc	PO ⁺	47	—
ArC ⁺ , ArO ⁺	52	Cr	POH ⁺	48	—
ArN ⁺	54	Cr	PO ₂ ⁺	63	Cu
ArNH ⁺	55	Mn	ArP ²	71	—
ArO ⁺	56	—	ArNa ⁺	63	Cu
ArOH ⁺	57	—	ArK ⁺	79	—
⁴⁰ Ar ³⁶ Ar ⁺	76	Se	ArCa ⁺	80	—
⁴⁰ Ar ³⁸ Ar ⁺	78	Se	TiO	62-66	Ni,Cu,Zn
⁴⁰ Ar ₂ ⁺	80	Se	ZrO	106-112	Ag,Cd
⁸¹ BrH ⁺	82	Se	MoO	108-116	Cd
⁷⁹ BrO ⁺	95	Mo			

表 B-2 给出 ICP/MS 测定时，校正干扰常用的数学方程式。

表 B-2 ICP-MS 测定中常用干扰校正方程

同位素	干扰校正方程
51	$[51] \times 1 - [53] \times 3.127 + [52] \times 0.353351$
75	$[75] \times 1 - [77] \times 3.127 + [82] \times 2.548505$
82	$[82] \times 1 - [83] \times 1.009$
111	$[111] \times 1 - [108] \times 1.073 + [106] \times 0.764$
114	$[114] \times 1 - [118] \times 0.02311$
208	$[208] \times 1 + [206] \times 1 + [207] \times 1$

附录 C
(资料性附录)

表C-1 浸出液方法的精密度和准确度

元素	总平均值 ($\mu\text{g/L}$)	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 ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 R ($\mu\text{g/L}$)	实验室内加 标回收率 P%	实验室间加 标回收率 $\overline{p\%} \pm 2S_p$
Be	17.72	0.97~11.8	20.8	3.48	10.8	86~115	101±20
V	29.4	0.74~9.57	41.1	4.87	34.1	93~131	108±28
Cr	30.88	0.99~13.7	15.5	5.48	14.3	82~132	102±34
Mn	771.5	0.77~10.7	24.1	120	533	81~124	103±33
Co	771.5	0.78~13.5	19.8	2.69	8.23	94~127	110±28
Ni	199.17	1.22~11	13.2	30.6	78.6	74~123	95±32
Cu	218	2.47~8.82	19.0	31.6	120	69~121	102±35
Tl	25.62	0.64~8.83	18.4	3.31	13.5	84~123	108±29
Zn	110.05	1.35~7.71	27.9	13.4	86.9	100~110	105±8.5
Se	5.88	4.65~26.8	63.5	2.28	10.7	80~107	95±22
Mo	16.4	0.41~9.99	16.2	2.69	7.83	94~119	110±19
Ag	8.03	1.93~31.9	43.0	1.75	9.8	59~98	80±29
Cd	18.65	0.42~8.95	20.4	2.48	10.9	69~113	95±32
Sb	22.42	1.00~9.92	17.4	3.3	11.2	98~117	106±13
Ba	23.5	0.65~21.6	23.5	8.29	17.2	87~121	111±25
As	5.2	2.51~6.5	29.3	0.65	4.32	83~118	104±28
Pb	80.6	0.46~3.8	21.7	11.2	49.9	70~117	97±37

表C-2 全消解方法的精密度和准确度

元素	总平均值 (mg/kg)	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 (mg/kg)	再现性限 R (mg/kg)	实验室内 加标回收 率 P%	实验室间 加标回收 率 $\overline{p\%} \pm 2S_p$
Be	1.63	1.37~8.08	12.9	0.21	0.62	82~115	97±29
V	68.6	1.38~6.17	25.0	7.48	48.5	80~108	95±23
Cr	44.1	3.31~40.6	33.6	14.8	43.7	75~115	97±29
Mn	1775	0.94~4.55	8.76	144	455	79~113	95±24
Co	14.5	0.57~6.27	11.5	1.65	4.93	87~115	103±20
Ni	21.1	1.42~8.5	10.9	3.24	7.06	90~115	100±20
Cu	21.1	2.20~9.99	12.9	3.63	8.34	85~111	98±20
Tl	0.65	0.00~9.42	78.5	0.13	1.44	78~117	99±31
Zn	688	0.59~6.56	13.0	86.6	263	88~114	103±17
Se	1.02	6.70~30.4	40.3	0.38	1.2	82~125	98±32
Mo	1.33	3.77~59.3	25.8	0.79	1.2	86~120	104±27
Ag	0.76	7.07~41.1	58.2	0.45	1.3	62~102	81±28
Cd	4.58	1.82~7.19	10.7	0.67	1.5	66~125	97±43
Sb	4.47	0.74~20	7.20	1.22	1.43	61~106	84±31
Ba	254.33	4.16~5.36	11.2	34.6	85.5	90~122	111±24
As	35.8	1.18~5.09	13.6	3.9	14.1	77~139	108±49
Pb	90.1	1.73~7.35	22.2	10.9	56.0	66~115	96±34

注：以上数据除锑（Sb）外，均为消解后经过赶酸步骤。

表C-3 方法的准确度数据（有证标准物质）

元素	TCLP		ISS-1	
	实验室内相对误差 RE (%)	实验室间相对误差 $\overline{RE} \pm 2S_{RE}$	实验室内相对误差 RE (%)	实验室间相对误差 $\overline{RE} \pm 2S_{RE}$
Be	-33~1.5	-15.0±26	/	/
Cr	-39~9.0	-15.3±30	-11~-0.60	-5.0±8.8
Mn	/	/	-2.8~5.5	1.6±7.0
Co	-39~6.0	1.3±49	/	/
Ni	-40~5.2	-15.6±35	-6.7~3.4	-0.9±8.2
Cu	-39~-4.9	-17.1±30	-4.3~5.7	-0.5±7.4
Zn	-42~-3.3	-16.0±28	-0.50~0.50	-1.5±3.5
As	-45~-2.7	-16.5±31	/	/
Se	-46~-2.7	-20.0±30	/	/
Ag	-82~-6.5	-48.6±56	/	/
Cd	-46~-0.44	-13.4±34	/	/
Ba	-42~4.7	-12.3±34	/	/
Tl	-48~6.7	-10.5±41	/	/
Pb	-25~0.20	-17.7±31	/	/
Sb	-56~-3.7	-24.3±37	/	/