

附件 3

《固体废物 铍 镍 铜 钼的测定 石墨炉原子吸收分光光度法》

（征求意见稿）

编制说明

《固体废物 铍 镍 铜 钼的测定 石墨炉原子吸收分光光度法》

标准编制组

二〇一三年七月

项目名称：固体废物 铍 镍 铜 钼的测定 石墨炉原子吸收分光光度
法项目

统一编号：1109、1116、1112、1115

承担单位：南京市环境监测中心站

编制组主要成员：任兰、杜青、杨丽莉、陆喜红、徐敏、杨正标、

王天任

标准所技术管理承办人：戴天有

标准所技术管理负责人：王宗爽

标准处项目负责人：雷晶

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 铍的理化性质和环境危害.....	2
2.2 镍的理化性质和环境危害.....	3
2.4 钼的理化性质和环境危害.....	4
2.5 相关环境保护标准和工作的需要.....	5
3.国内外相关分析方法研究	7
3.1 主要国家、地区及国际组织相关分析方法研究.....	7
3.2 国内相关分析方法研究.....	9
4.标准制订的基本原则和技术路线	12
4.1 标准制（修）订的基本原则.....	12
4.2 标准的适用范围和主要技术内容.....	12
4.3 标准制修订的技术路线.....	12
5.方法研究报告	12
5.1 方法研究的目标.....	12
5.2 方法原理.....	13
5.3 试剂和材料.....	14
5.4 仪器和设备.....	14
5.5 样品.....	14
5.6 分析步骤.....	17
5.7 结果计算与表示.....	26
5.8 方法检出限和测定下限试验.....	27
5.9 方法精密度测试数据.....	29
5.10 方法准确度测试数据.....	32
5.11 质量保证和质量控制.....	36
5.12 废弃物的处理.....	36
5.13 注意事项.....	36
6.方法验证	37
6.1 方法验证方案.....	37
6.2 方法验证过程.....	39
7 与开题报告的差异	39
8 参考文献	39
附件一	43

《固体废物 铍 镍 铜 钼的测定 石墨炉原子吸收分光光度法》

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，2009年3月，环保部发布了《关于开展2009年度国家环境保护标准制修订项目工作的通知》（环办函[2009]221号）。文件下达了《固体废物 铍的测定 火焰原子吸收分光光度法、石墨炉原子吸收分光光度法》（项目统一编号1109）、《固体废物 镍的测定 火焰原子吸收分光光度法、石墨炉原子吸收分光光度法》（项目统一编号1116）、《固体废物 铜的测定 火焰原子吸收分光光度法、石墨炉原子吸收分光光度法》（项目统一编号1112）和《固体废物 钼的测定 火焰原子吸收分光光度法、石墨炉原子吸收分光光度法》（项目统一编号1115）标准制（修）订项目。由南京市环境监测中心站独立承担。

1.2 工作过程

1.2.1 成立标准编制组

南京市环境监测中心站接到标准制订的任务后，成立了标准编制组，专门承担此项标准的研究制定工作，并完成了任务书和合同书的填报。

1.2.2 查询国内外相关标准和文献资料

根据国家环境保护部对国家环境保护标准制修订项目的相关要求，编制组开展了国内外相关文献的收集与整理，了解国内外相关分析方法的研究进展、相关质量标准及排放标准。对方法主要研究内容中涉及的样品前处理方法、干扰实验、仪器条件优化、方法研究等方面进行了初步研究和探讨，编写了开题论证报告，形成了方法标准草案。

1.2.3 开题论证确定技术路线

2010年10月由环保部科技标准司在南京组织专家召开了开题论证会，进一步明确了技术路线、标准编写的内容和方法验证方案，形成《监测方法标准开题论证会纪要》。在开题论证会中，专家组鉴于固体废物中铍、镍、铜和钼的测定方法的相似性，将标准文本合并，名称修改为《固体废物 铍、镍、铜和钼的测定 石墨炉原子吸收分光光度法》和《固体废物 镍和铜的测定 火焰原子吸收分光光度法》，将本标准的适用范围定为固体废物和固体废物浸出液，建议标准编制组完善质量保证质量控制的措施和指标。

1.2.4 开展实验研究工作，组织方法验证，编写标准征求意见稿和编制说明

本方法标准编制组按照任务计划书的要求，以及开题论证会的意见，结合《环境监测分析方法标准制修订技术导则》(HJ 168-2010)，研究、建立本标准的实验方案，并进行验证试验。2012年5月至8月，组织了6家有资质的实验室进行方法验证，统一派发了标准溶液和实际样品。2012年8月至9月，本标准编制组进行了各实验室数据的汇总和数据的数理分析工作，完成了《固体废物 铍、镍、铜和钼的测定 石墨炉原子吸收分光光度法》方法验证报告。2012年9月至10月，本标准编制组根据实验室方案及验证报告，编写完成了标准征求意见稿和编制说明。

2.标准制修订的必要性分析

2.1 铍的理化性质和环境危害

铍，原子序数4，原子量9.012，铍在元素周期表中位于第2周期第IIA族。钢灰色金属，密度为1.848克/厘米³，熔点1278±5℃，沸点2970℃，质坚硬，电导率31.3×10⁶米·欧姆。在空气中容易形成致密氧化膜保护层，故在空气中加热到赤红时也很稳定。铍有剧毒，不溶于冷水，微溶于热水，生成氢氧化铍和氢气，灼热的铍跟水蒸气反应生成氧化铍和氢气。可以跟卤素化合生成卤化物。可溶于稀盐酸，稀硫酸和氢氧化钾溶液并放出氢气。金属铍对于无氧的金属钠即使在较高的温度下，也有明显的抗腐蚀性。铍价态为正2价，可以形成聚合物以及具有显著热稳定性的一类共价化合物。

铍在自然界中含量为6毫克/千克。铍的化学性质活泼，已发现的铍的同位素共有8种，包括Be⁶，Be⁷，Be⁸，Be⁹，Be¹⁰，Be¹¹，Be¹²，Be¹⁴，其中只有Be⁹是稳定的，其他同位素都带有放射性。

铍的化合物如氧化铍、氟化铍、氯化铍、硫化铍、硝酸铍等对人体的毒性较大，而金属铍的毒性相对比较小些。铍进入人体后，难溶的氧化铍主要储存在肺部，可引起肺炎。可溶性的铍化合物主要储存在骨骼、肝脏、肾脏和淋巴结等处，它们可与血浆蛋白作用，生成蛋白复合物，引起脏器或组织的病变而致癌。铍从人体组织中排泄出去的速度极其缓慢。一般而言，可溶性铍的毒性大，难溶性的毒性小；静脉注入时毒性最大，呼吸道次之，经口及经皮毒性最小。1990年初，我国把铍及其化合物列为水中优先控制污染物黑名单。

铍的工业污染来源主要有冶炼、采矿、特种材料、工具和仪器生产的废水。每年由人类活动排入环境中的铍约144吨，其中：来自燃煤为123吨，约占85.3%；来自燃油为12吨，约占8.3%；来自铍及铍化合物生产和加工的为9吨，约占6.3%。由矿物燃料带进环境中的

铍比重虽大，却很分散，尚未形成公害。

2.2 镍的理化性质和环境危害

镍，化学符号 Ni，原子序数 28，原子量 58.69，具磁性，在元素周期表中属过渡金属，银白色金属，密度 8908 千克/立方米，熔点 1728 K (1455℃)，沸点 3186 K (2913℃)。金属镍具有良好的抗氧化性，在空气中，表面易形成 NiO 薄膜，可阻止进一步氧化，在 600℃ 以上才会被氧化。

天然生成的金属镍有五种稳定的同位素： Ni^{58} 67.7%、 Ni^{60} 26.2%、 Ni^{61} 1.25%、 Ni^{62} 3.66%、 Ni^{64} 1.66%。镍的工业污染主要是镍矿的开采和冶炼；合金钢的生产和加工过程；煤、石油燃烧时排放烟尘中；电镀、镀镍的生产过程等产生的。吸入金属镍的粉尘易导致呼吸器官障碍，肺泡肥大。镍盐的毒性强，特别是羰基镍(一氧化碳与镍粉在高温下可形成)有非常强的毒性，因为它容易挥发，又易溶于脂肪组织，很容易进入细胞膜内，而且与蛋白质及核酸的结合力很强。镍作为一种具有生物学作用的元素，镍能激活或抑制一系列的酶，如精氨酸酶，羧化酶等而发生其毒性作用，动物吃了镍盐可引起口腔炎、牙龈炎和急性胃肠炎，并对心肌和肝脏有损害。实验证明，镍及其化合物对人皮肤粘膜和呼吸道有刺激作用，可引起皮炎和气管炎。镍具有积存作用，在肾、脾、肝中积存最多，可诱发鼻咽癌和肺癌。在长期从事镍作业的工人中，呼吸道癌发病率高于一般人群，肺癌发生率也高出 2.6 倍到 16 倍，鼻腔癌高出 37~196 倍。

2.3 铜的理化性质和环境危害

铜，原子序数 29，原子量 63.546，铜在元素周期表中位于第 4 周期第 IB 族。紫红色光泽金属，密度为 8.92 克/立方厘米，熔点 $1083.4 \pm 0.2^\circ\text{C}$ ，沸点 2567°C ，稍硬、极坚韧、耐磨损，还有很好的延展性，导热和导电性能较好。铜和它的一些合金有较好的耐腐蚀能力，在干燥的空气里很稳定，但在潮湿的空气里在其表面可以生成一层绿色的碱式碳酸铜 $[\text{Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3]$ (铜绿)，可溶于硝酸和热浓硫酸，略溶于盐酸，容易被碱侵蚀。铜是与人类关系非常密切的有色金属，被广泛地应用于电气、轻工、机械制造、建筑工业、国防工业等领域，在我国有色金属材料的消费中仅次于铝。

铜的化合物以一价或二价状态存在，冶金、金属加工、机器制造、有机合成及其他工业的废水中都含有铜，其中以金属加工、电镀工厂所排废水含铜最高，每升废水含铜几十到几百毫克，这种废水排入水体，会影响水的质量。水中铜含量达 0.01 毫克/升时，对水体自净有明显的抑制作用；超过 3.0 毫克/升，会产生异味；超过 15 毫克/升，就无法饮用。若用含铜废水灌溉农田，铜在土壤和农作物中积累，会造成农作物生长不良，并污染粮食籽粒。

土壤中正常含铜量为 2~200 毫克/千克，我国土壤含铜量是 3~300 毫克/千克，平均值为 22 毫克/千克。铜可在土壤中富集并被农作物吸收，水生生物可以富集水中铜，通过食物链的富集，最终使大量铜进入人体，当铜在人体内蓄积到一定程度后即可对人体健康产生危害。铜是人体重要的必需微量元素，但应用不当，也易引起中毒反应。金属铜不易溶解，毒性比铜盐小，铜盐中尤以水溶性盐如醋酸铜和硫酸铜的毒性大。过多的铜进入体内可出现恶心、呕吐、上腹疼痛、急性溶血和肾小管变形等中毒现象。当铜超过人体需要量的 100~150 倍时，可引起坏死性肝炎和溶血性贫血。

2.4 钼的理化性质和环境危害

钼，原子序数 42，原子量 95.94，在元素周期表中位于第 5 周期第 VI 族。银白色金属，硬而坚韧，密度 10.2 克/立方厘米。熔点 2610℃。沸点 5560℃。钼具有高强度、高硬度、机械性能优异的特点，而且在高温下仍能保持高强度和高硬度。室温下钼在空气中很稳定，当温度升至 600℃时，迅速与氧反应，生成较易挥发的三氧化钼。800℃时钼与碳发生反应，生成碳化钼。室温下钼即与氟作用，与氯、溴、碘的反应温度分别为 200℃、450℃和 800℃。高温下，钼还与磷、硫、硒、碲、硅反应。钼能与钛、锆、钨、铌等金属形成合金。钼不溶于盐酸、氢氟酸和稀硫酸，与硝酸接触后，很快被钝化。钼能缓慢溶解在王水及氢氟酸和硝酸的混合酸中。钼在常温下不与碱作用，但在加热时能被碱腐蚀。钼的氧化态为 +2、+4、+6 等，其中以 +6 价化合物最稳定。

钼是动植物和人体必需的微量元素之一，也是土壤和植物体中含量最低的元素之一，钼在地壳中的平均丰度为 1.3ppm，多存在于辉钼矿、钼铅矿、水钼铁矿中，天然水体中钼浓度很低。人和动物机体对钼均有较强的内稳定机制，经口摄入钼化物不易引起中毒。钼对眼睛、皮肤有刺激作用，部分接触者出现尘肺病变，有自觉呼吸困难、全身疲倦、头晕、胸痛、咳嗽等。钼分布的不均匀性，造成某些地区缺钼而出现“水土病”，又造成某些地区含钼偏高而出现“痛风病”（如前苏联的亚美尼亚）。

钼对温血动物和鱼类的影响较小。高含量钼对植物有不良影响，水体中钼浓度达到 5 毫克 / 升时,水体的生物自净作用会受到抑制；10 毫克 / 升时，这种作用受到更大抑制，水有强烈涩味；100 毫克 / 升时，水体微生物生长减慢,水有苦味。

环境中的钼有两个来源：①风化作用使钼从岩石中释放出来。估计每年有 1000 吨进入水体和土壤，并在环境中迁移。②人类活动中愈来愈广泛地应用钼（钼肥、城市污水淤泥、钼矿开采与加工）以及燃烧含钼矿物燃料（如煤），因而加大了钼在环境中的循环量。全世界钼产量每年为 10 万吨，燃烧排入环境的钼每年为 800 吨。人类活动加入的循环量超过天

然循环量。用钼最多的是冶金、电子、导弹和航天、原子能、化学等工业以及农业。目前对钼污染的研究还很不够。🔍

2.5 相关环境保护标准和工作的需要

2.5.1 铍、镍、铜和钼的相关环境质量标准与排放标准

目前我国固废控制有以下几个方面：一是固废是否属于危险废物，现有的危险废物控制标准是 GB5085.3-2007，其限值是针对浸出液，GB5085.3-2007 的表 1 列出了铍、镍、铜的限值。二是固废堆放后或填埋能否造成环境危害，如 GB16889-2008，主要表现是固废堆放由于雨淋或水浸，浸出液进入环境后对环境的污染。三是《危险废物鉴别标准 毒性物质的含量鉴别》（GB5085.6-2007）规定了毒性物质的含量鉴别标准，5 种镍的化合物、2 种铍及铍的化合物被列其中，测定方法为 GB5085.3-2007 的附录 A、B、C、D。四是有几种固废控制标准如《农用污泥中污染物控制标准》、《农用粉煤灰污染物控制标准》和《城镇垃圾农用控制标准》，规定了镍、铜的限值，这几个标准是防止固体废物农用后污染土壤和被作物吸收后影响食品安全。钼的环境质量标准只涉及了地表水（GB3838-2002）、地下水（GB/T14848-93）和生活饮用水（GB5749）

铍、镍、铜的相关环境质量标准与排放标准见表 2-1~表 2-3。

表 2-1 铍的相关环境质量与排放标准

标准号	标准名称	(排放) 限值	项目
GB5058.3-2007	固体废弃物浸出毒性鉴别标准值	浸出液 0.02mg/L	总铍
GB16889-2008	生活垃圾填埋场污染控制标准	浸出液浓度限值 0.02 mg/L	铍
GB18598-2001	危险废物填埋污染控制标准	浸出浓度 0.2mg/L	总铍
GB18958-2001	危险废物填埋污染控制标准	稳定化控制限值 0.2 mg/L	总铍

表 2-2 镍的相关环境质量与排放标准

标准号	标准名称	(排放) 限值	项目
GB5085.3-2007	危险废物鉴别标准 浸出毒性鉴别	浸出液限值 5mg/L	镍

GB16889-2008	生活垃圾填埋场污染控制标准	浸出液浓度限值 0.5mg/L	镍
GB18958-2001	危险废物填埋污染控制标准	稳定化控制限值 15mg/L	总镍
GB8173-87	农用粉煤灰中污染物控制标准	酸性土壤上 200 mg/kg 、中性和碱性土壤上 300 mg/kg	总镍
GB4284-84	农用污泥中污染物控制标准	最高容许含量 酸性土壤中 100 mg/kg 、中性和碱性土壤中 200 mg/kg	以镍计

表 2-3 铜的相关环境质量与排放标准

标准号	标准名称	(排放) 限值	项目
GB5085.3-2007	危险废物鉴别标准 浸出毒性鉴别	浸出液限值 100 mg/L	铜
GB16889-2008	生活垃圾填埋场污染控制标准	浸出液浓度限值 40 mg/L	铜
GB18598-2001	危险废物填埋污染控制标准	浸出液浓度限值 75 mg/L	铜
GB8173-87	农用粉煤灰中污染物控制标准	酸性土壤上 250 mg/kg 、中性和碱性土壤上 500 mg/kg	总铜
GB4284-84	农用污泥中污染物控制标准	最高容许含量 酸性土壤中 250mg/kg、中性和碱性土壤中 500mg/kg	以铜计

2.5.2 环保工作的需要

随着工业化、城市化进程不断加快，我国固体废物的产生量在逐年增加，有害固废的长期堆放对土壤、水体、大气产生严重污染，使生态环境和人民群众生活受到影响。为适应环保工作的需求，环保部已将本标准列入“十一五”国家环境保护标准规划。

目前固体废物中金属元素的全量测定没有监测分析方法的国家标准，而固体废物浸出液铍、钼的测定没有国标方法，镍铜的测定只有 1995 年颁布的 GB15555.2-1995《固体废物 铜、锌、铅、镉的测定 原子吸收分光光度法》、GB 15555.9-1995《固体废物 镍的测定 直接吸入火焰原子吸收分光光度法》。2007 年颁布的 GB 5085.3-2007《危险废物鉴别标准 浸出毒性鉴别》列出了固体废物和固体废物浸出液中镍、铜测定的参考分析方法 ICP-AES(附录 A)、

ICP-MS（附录 B）、GFAA（附录 C）、FLAA（附录 D），这些方法仅仅是资料性分析方法，需要对其进行完善和验证。因此，制订《固体废物 铍 镍 铜和钼的测定 石墨炉原子吸收分光光度法》工作十分必要。

3.国内外相关分析方法研究

3.1 主要国家、地区及国际组织相关分析方法研究

固体废物中镍铜的测定一般包括固体废物浸出液（固体废物）待测物质向试样的转变（样品浸出或全消解）、浸出液的消解、试样的测定。

对于测定试样的浸出方法，可查到的有EPA1311的毒性浸出程序（TCLP）、EPA1312的合成沉降浸出程序（SPLP）、EPA1320的多级提取程序（MEP）；美国材料与测试协会（ASTM）的D3987-85用水振动提取固体废物的标准方法；欧盟CEN的EN12457方法等。这些方法与我们现行的《固体废物 浸出毒性浸出方法 水平振荡法》（HJ 557-2010）、《固体废物 浸出毒性浸出方法 翻转振荡法》（GB5086.1-97）、《固体废物 浸出毒性浸出方法 硫酸硝酸法》（HJ/T299-2007）、《固体废物 浸出毒性浸出方法 醋酸缓冲溶液法》（HJ/T300-2007）等效。

对于浸出液的消解或是固体废物的全消解，可查到的EPA方法有：

(1)EPA 3010A 方法是用硝酸消解样品、盐酸溶解定容，用于FLAA/ICP-AES/ICP-MS测定铜、锌、铅、镉等21个元素，适用于水样、沥出液、浸出液和废物中金属元素的测定。

(2) EPA 3015A 方法是用微波酸消解水样、饮用水、浸出液和废物，用于FLAA/GFAA/ICP-AES/ICP-MS法测定铜、锌、铅、镉等26个元素。

(3)EPA 3020A 方法是仅用硝酸消解和定容样品，用于GFAA测定铅、铍等8个元素，适用于水样、浸出液和废物中金属元素的测定。

(4)EPA 3050B 方法是用酸溶沉积物、污泥和土壤样品，用FLAA/ICP-AES法测定铜、铅、镉、锑等22个元素，用GFAA/ICP-MS法测定砷、铍、铅、镉、铊等10个元素。样品用硝酸（及过氧化氢）低温回流消解，用于GFAA/ICP-MS法测定，而FLAA/ICP-AES测定的样品，除硝酸（及过氧化氢）外，还可加入一定量的盐酸。此消解方法也是该条件下的可溶解的金属元素。

(5)EPA 3051A 方法是用微波酸溶沉积物、污泥、土壤和油脂类样品，FLAA、ICP-AES或ICP-MS测定其中21个元素。可作为3050方法的替代方法，样品在硝酸条件下微波加热，提取有效态元素。

(6) EPA 3052 方法是用微波酸溶处理硅土和有机体类介质样品，样品在硝酸-盐酸-氢氟酸-（过氧化氢）条件下微波加热，FLAA、GFAA、ICP-AES、ICP-MS 或其它检测技术测定

其中砷、镉、铅、汞、铊等 26 个元素。

铍、镍、铜和钼的常用分析方法有分光光度法、原子吸收分光光度法、等离子体发射光谱法、等离子体发射质谱法、x-ray 荧光法、中子活化法等。对于原子吸收分光光度分析方法，EPA 7000B 方法是用火焰原子吸收分光光度法测定环境样品中的 25 个元素，如地下水、废水、浸出液、工业废物、土壤、淤泥和沉积物；EPA 7010 方法是用石墨炉原子吸收分光光度法测定环境样品中的 18 个元素，如地下水、生活和工业废物、浸出液、土壤、淤泥、沉积物。EPA Method210.1 是用火焰原子吸收法测定环境样品中的铍；EPA Method210.2 是用石墨炉原子吸收法测定环境样品中的铍。EPA Method249.1 是用火焰原子吸收法测定环境样品中的镍；EPA Method249.2 是用石墨炉原子吸收法测定环境样品中的镍。EPA Method220.1 是用火焰原子吸收法测定环境样品中的铜；EPA Method220.2 是用石墨炉原子吸收法测定环境样品中的铜。EPA Method246.1 是用火焰原子吸收法测定环境样品中的钼；EPA Method246.2 是用石墨炉原子吸收法测定环境样品中的钼。

铍、镍、铜和钼的国外相关分析方法见表 3-1。

表 3-1 铍、镍、铜和钼的国外相关分析方法

方法出处	分析方法	测定基质	测定元素
EPA METHOD 6010C	ICP-AES	各种溶液样品	Be Ni Cu Mo
EPA METHOD 6020	ICP-MS	水样、浸出液、消解液	Be Ni Cu
EPA METHOD 7000B	FAAS	地表水、浸出液、工业废水，土壤，沉积物，污泥等	Be Ni Cu Mo
EPA METHOD 7010	GFAA	地表水、浸出液、工业废水，土壤，沉积物，污泥等	Be Ni Cu Mo
EPA METHOD 200.9	GFAA	地下水、地表水、饮用水、雨水、工业废水、生活污水、土壤、沉积物	Be Ni Cu
EPA METHOD 200.7	ICP-AES	水和废水、固体废弃物等	Be Ni Cu Mo
EPA METHOD 200.8,	ICP-MS	地下水、地表水、饮用水、废水、土壤、污泥	Be Ni Cu Mo
EPA Method 210.1	FAAS	水和废水、固体废物、土壤、沉积物	Be
EPA Method 210.2	GFAA	水和废水、固体废物、土壤、沉积物	Be
EPA Method 249.1	FAAS	水和废水、固体废物、土壤、沉积物	Ni
EPA Method 249.2	GFAA	水和废水、固体废物、土壤、沉积物	Ni
EPA Method 220.1	FAAS	水和废水、固体废物、土壤、沉积物	Cu
EPAMethod 220.2	GFAA	水和废水、固体废物、土壤、沉积物	Cu

EPA Method 246.1	FAAS	水和废水、固体废物、土壤、沉积物	Mo
EPA Method 246.2	GFAA	水和废水、固体废物、土壤、沉积物	Mo

3.2 国内相关分析方法研究

测定固废浸出液中的金属含量，消解方法一般参考废水消解方法，采用硝酸电热板或微波消解。

固体废物（污泥）的消解，《城市污水处理厂污泥检验方法》（CJ/T221-2005）用硝酸-过氧化氢-盐酸（常压）或王水-过氧化氢（微波高压）消解样品，对应的控制标准重点是防止固体废物农用后污染土壤和被作物吸收后影响食品安全，测定的是固废（污泥）中有效态污染物的含量。对于固体废物中含有硅酸盐类的物质一般参照土壤全量消解方法，采用盐酸-硝酸-氢氟酸-高氯酸酸解体系。微波消解法是近年来应用较为普遍的无机元素前处理方法，已应用于水和土壤、沉积物的消解，同传统的电热板加热方法相比，该方法大大缩短了溶样时间，提高了分析速度；同时试剂使用量少，空白值低，避免了元素和样品的沾污。

铍、镍、铜和钼的国内相关分析方法见表 3-2~表 3-5。

表 3-2 铍的监测分析方法

方法出处	分析方法	测定基质
《区域地球化学勘查样品分析方法》	ICP-AES	土壤/沉积物
《区域地球化学勘查样品分析方法》	ICP-MS	土壤/沉积物
《土壤和固体废弃物监测分析及技术》	铍试剂III 光度法	土壤
《土壤和固体废弃物监测分析及技术》	GFAA	土壤
GB5749-2006《生活饮用水标准检验方法》	桑色素荧光分光光度法 无火焰原子吸收分光光度法 ICP-AES ICP-MS	饮用水 水源地
HJ/T58-2000 水质 铍的测定 铬菁 R 分光光度法	分光光度法	地表水、污水
HJ/T59-2000 水质 铍的测定 石墨炉原子吸收分光光度法	石墨炉原子吸收分光光度法	地表水、污水

表 3-3 镍的监测分析方法

方法出处	方法名称	测定基质
GB/T 5750.6-2006《生活饮用水标准检验方法 金属指标》	无火焰原子吸收分光光度法 火焰原子吸收分光光度法 ICP-AES ICP-MS	饮用水、水源水
GB11910-1989 镍的测定	丁二酮肟分光光度法	工业废水
GB11912-1989 镍的测定	火焰原子吸收分光光度法	工业废水
GB 5085.3-2007《危险废物鉴别标准 浸出毒性鉴别》	附录 A ICP-AES 法 附录 B ICP-MS 法 附录 C 石墨炉原子吸收光谱法 附录 D 火焰原子吸收光谱法	固体废物、固体废物浸出液
CJ/T221-2005《城市污水处理厂污泥检验方法》	ICP-AES 法 火焰原子吸收光谱法	污泥
GB/T 17141-1997《土壤质量铜锌的测定火焰原子吸收分光光度法》	火焰原子吸收光谱法	土壤

表 3-4 铜的监测分析方法

方法出处	分析方法	测定基质
GB/T 5750.6-2006《生活饮用水标准检验方法 金属指标》	1. 无火焰原子吸收分光光度法 2. 火焰原子吸收分光光度法 二乙基二硫代氨基甲酸钠分光光度法 4. 双乙醛草酰二胺分光光度法 5. ICP-AES 6. ICP-MS	饮用水、水源水
GB7475-1987 铜、锌、铅、镉的测定	火焰原子吸收分光光度法	地下水、地表水、废水
GB 5085.3-2007《危险废物鉴别标准 浸出毒性鉴别》	附录 A ICP-AES 法 附录 B ICP-MS 法 附录 C 石墨炉原子吸收光谱法 附录 D 火焰原子吸收光谱法	固体废物、固体废物浸出液
CJ/T221-2005《城市污水处理厂污泥检验方法》	ICP-AES 法 火焰原子吸收光谱法	污泥
GB/T 17138-1997《土壤质量铜锌的测定火焰原子吸收分光光度法》	火焰原子吸收光谱法	土壤

表 3-5 钼的监测分析方法

方法出处	分析方法	测定基质
《区域地球化学勘查样品分析方法》	ICP-AES	土壤 沉积物
《区域地球化学勘查样品分析方法》	ICP-MS	土壤 沉积物
《土壤和固体废物监测分析及技术》	硫氰化钾分光光度法 催化极谱法	土壤
GB5749-2006 《生活饮用水标准检验方法》	无火焰原子吸收分光光度法 ICP-AES ICP-MS	饮用水 水源地

对于现行固体废物的原子吸收测定方法而言，具有以下局限性：现有标准对于固体废物中元素的测定只涉及了浸出液；固废浸出液和固废全量消解没有标准方法。因此，本标准拟加入固体废物采用酸消解方法进行全消解后，再进行测定的方法内容。

3.3 与本方法标准的关系

根据我国环境监测站技术装备水平，采用石墨炉原子吸收分光光度法，制定出符合我国环境保护工作要求的标准分析方法。

3.3.1 消解方法

固体废物浸出液的制备国内已有现行标准，但浸出液的消解和固废全量的消解国内没有标准，对浸出液的消解参考废水消解方法，本标准参照《水质 金属总量消解方法 硝酸消解》（征求意见稿）和《水质 金属总量消解方法 微波酸消解》（征求意见稿）。

对于固废全量的消解，EPA 3050B 方法是一种非完全的样品消解方法，本标准是测定固废中的金属全量，电热板消解参考国内现行土壤中铅、镉、铜、镍标准测定方法中的前处理方法，采用盐酸-硝酸-氢氟酸-高氯酸混酸体系全消解的方法；微波消解参考了《土壤、沉积物 金属元素全量的酸消解 微波消解法》（征求意见稿）制定的硝酸-盐酸-氢氟酸混酸体系，此方法与EPA 3052方法类似。

3.3.2 分析方法

本标准方法研究以 GB5085.3-2007 《危险废物鉴别标准 浸出毒性鉴别》附录 C、EPA Method 210.2、EPA Method 249.2、EPA Method 220.2、EPA Method 246.2 为基础。

4.标准制订的基本原则和技术路线

4.1 标准制（修）订的基本原则

4.1.1 按照《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》(HJ/T 168-2010)的要求进行方法检出限和测定范围的测定。结果表明,本方法固废浸出液铍、镍、铜、钼的检出限分别为 0.1 $\mu\text{g/L}$ 、1 $\mu\text{g/L}$ 、1 $\mu\text{g/L}$ 、2 $\mu\text{g/L}$; 测定下限分别为 0.4 $\mu\text{g/L}$ 、 $\mu\text{g/L}$ 、4 $\mu\text{g/L}$ 、8 $\mu\text{g/L}$; , 能够满足《危险废物鉴别标准 浸出毒性鉴别》(GB 5085.3-2007)、《生活垃圾填埋场污染控制标准标准》(GB16889-2008)、《危险废物填埋污染控制标准》(GB18598-2001)等标准的要求。

4.1.2 六家实验室测定固废实际样品和固废标准品, 结果表明本方法准确可靠, 精密度和准确度能够满足各项方法特性指标的要求。

4.1.3 本标准结合了原子光谱分析技术科技发展趋势与国内机构监测能力现状, 具有普遍适用性, 易于推广。

4.2 标准的适用范围和主要技术内容

本方法是新制订标准。本方法规定了测定固体废物及其浸出液中铍、镍、铜和钼含量的石墨炉原子吸收分光光度法。本标准适用于固体废物(包括城市污水处理厂污泥、工业废渣)中铍、镍、铜和钼的测定。

本标准涉及的技术点有两点: 一是浸出液和固废全量消解方法的选择; 二是石墨炉原子吸收分析参数的选择, 其关键点在于样品沾污、损失、干扰和记忆效应, 其中干扰消除的手段主要有调整石墨炉升温程序、基体改进剂等。

4.3 标准制修订的技术路线

本标准制订的技术路线图, 见图 1。

5.方法研究报告

5.1 方法研究的目标

研究建立固体废物浸出液和固体废物中铍、镍、铜和钼含量的石墨炉原子吸收分光光度法。能够满足《危险废物鉴别标准 浸出毒性鉴别》(GB 5085.3-2007)、《生活垃圾填埋场污染控制标准标准》(GB16889-2008)、《危险废物填埋污染控制标准》(GB18598-2001)、《农用污泥中污染物控制标准》(GB4284-84)等标准的要求。

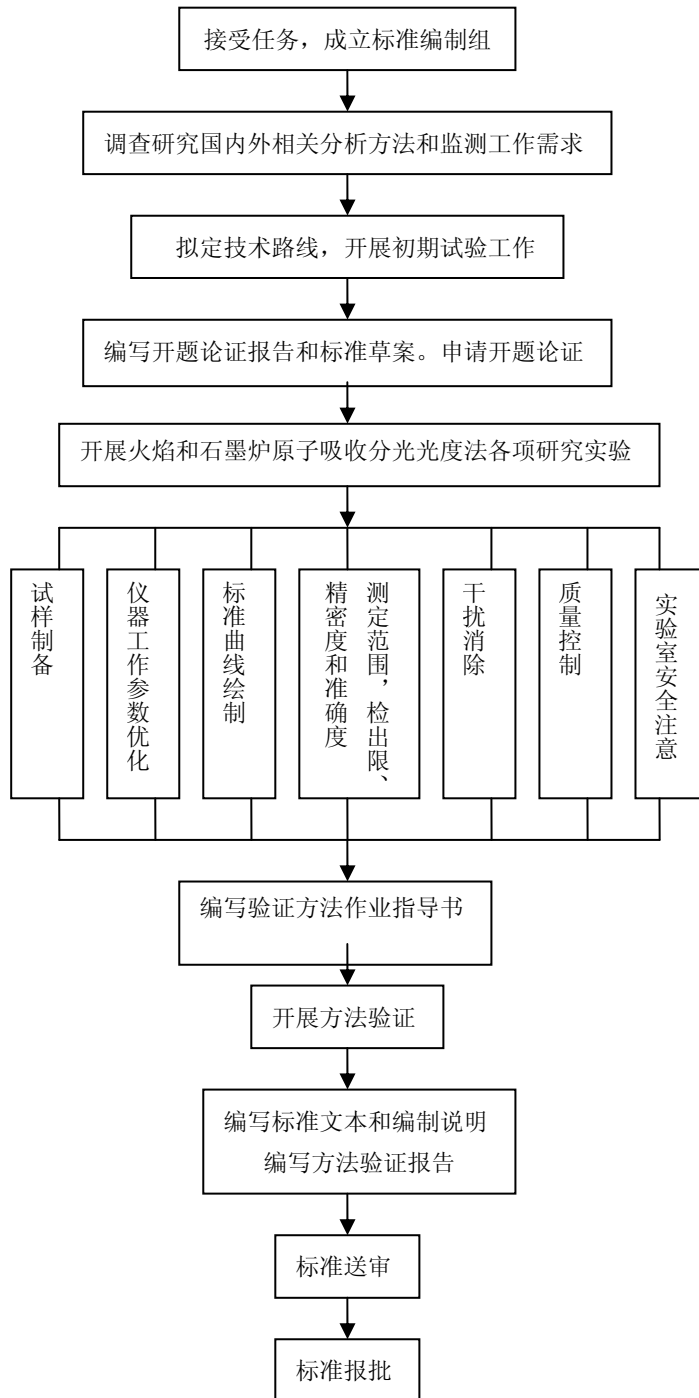


图 1 技术路线图

5.2 方法原理

固体废物浸出液或固体废物经消解后，用石墨炉原子吸收分光光度计测定试液中铍镍铜或钼的浓度，计算出浸出消解液或固体废物中铍镍铜钼的含量。

5.3 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试剂，实验用水为新制备的去离子水或同等纯度的水。

5.3.1 消解用酸：盐酸、硝酸、氢氟酸、高氯酸，均为优级纯；过氧化氢，分析纯；

5.3.2 基体改进剂：氯化钡溶液，氯化钡-硝酸镁混合溶液。

5.4 仪器和设备

石墨炉原子吸收分光光度计；铍、镍、铜、钼单元素空心阴极灯；氩气（纯度 99.999%）；热解涂层石墨管；微波消解装置；电热板（具有耐防腐蚀、加热均匀的功能，推荐温度稳定 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ ）。

5.5 样品

5.5.1 样品采集和保存

按照《工业固体废物采样制样技术规范》(HJ/T20)规定采集、保存。

5.5.2 浸出液的保存：浸出液如不能很快进行处理分析，应加浓硝酸(5.3.3)酸化至 $\text{pH}<2$ ，并尽快消解、分析。

5.5.3 试样的制备

固体废物种类繁多，成分复杂，有固态和半固态，且固体形态不一（块状、粒状、粉状），为了避免样品不均匀造成测定结果的误差，本方法标准研究过程中，全量消解采用的固废样品均经风干、碾磨、过 100 目筛。

5.5.3.1 浸出液的制备

根据监测目的和不同监测项目，参见标准《固体废物 浸出毒性浸出方法 硫酸硝酸法》(HJ/T299)、《固体废物 浸出毒性浸出方法 醋酸缓冲溶液法》(HJ/T300)、《固体废物 浸出毒性浸出方法 水平振荡法》(HJ577)、《固体废物 浸出毒性浸出方法 翻转法》(GB5085.4.1)规定制备所需浸出液。

5.5.3.2 浸出液的消解（电热板法）

浸出液电热板消解参考《水质 金属总量消解方法 硝酸消解》（征求意见稿）（适合火焰和石墨炉原子吸收法）、《水质 镍的测定 火焰原子吸收分光光度法》(GB11912-1989)、《水质 铜、锌、铅、镉的测定 原子吸收分光光度法》(GB7475-1987)的样品消解方法，由于浸出液在制备时经过孔径 $0.6\text{-}0.8\mu\text{m}$ 玻纤滤膜或微孔滤膜过滤获得，样品较为干净，本标准用硝酸消解浸出液。

量取适量（50mL）混匀后浸出液于 150mL 烧杯中，加入浓硝酸 3~5mL，摇匀。盖上

表面皿，置于电热板上在近沸状态下将样品蒸发至近干，取下冷却，再加入 3mL 浓硝酸，继续加热，直至消解完全（消解液透亮或者消解液外观不再变化），继续蒸发至近干，取下冷却后，加入少量硝酸溶液（硝酸最终浓度为 1%(V/V)），加热溶解残渣，用少量水清洗烧杯内壁和表面皿，全部转移至比色管中，根据样品浓度用水稀释至相应体积（50mL），混匀备用。如消解液浑浊，则需进行过滤、离心分离或者自然沉降。

5.5.3.3 浸出液的消解（微波法）

浸出液微波消解参考《水质 金属总量消解方法 微波酸消解》（征求意见稿）。

取适量浸出液（50mL）（被消解的浸出液和加入的酸的体积应小于微波消解仪规定的限量体积）于微波消解罐中，如果样品中有机质含量低，加入 5.0ml 硝酸；如果样品中有机质含量高，加入 4ml 硝酸、1ml 盐酸和 1ml 过氧化氢溶液，加盖密闭，放入微波消解仪中，按一定升温程序(表 5-1)进行消解。消解完毕，待罐内温度与室温平衡后，将消解罐放置于电热板上加热蒸发至近干，冷却。加入少量硝酸溶液（硝酸最终浓度为 1%(V/V)），加热溶解残渣，用少量水清洗消解罐内壁和盖子，全部转移至比色管中，根据样品浓度用水稀释至相应体积（50mL），混匀备用。如消解液浑浊，则需进行过滤、离心分离或者自然沉降。

表 5-1 微波消解推荐升温程序

升温时间 (min)	消解温度 (°C)	保持时间 (min)
10	由室温升温到 180	15

注：消解操作在通风橱内进行。操作人员要求佩戴防护手套和眼镜。

确保电热板加热过程中样品无沸腾且烧杯（消解罐）底部无局部烧干。否则应重新取样消解。

微波消解过程中因压力过大而造成仪器泄压，密封系统破损时，此批样品不予采用。

5.5.3.4 固废全量的消解（电热板法）

固体废物全量消解（电热板法）目前没有标准方法，EPA 方法 3050 用硝酸-过氧化氢体系，是一种非完全消解方法。考虑到固体废物样品来源的多样性，全量消解分析选用全酸系消解。本标准参考《土壤质量 铜、锌的测定 火焰原子吸收分光光度法》（GB/T 17138-1997）和《土壤质量 铅、镉的测定 石墨炉原子吸收分光光度法》（GB/T 17141-1997）的样品前处理方法，采用盐酸-硝酸-氢氟酸-高氯酸混酸体系全消解的方法消解固体废物。

称取 0.1~0.5 g（精确至 0.1mg）试样于 50 ml 聚四氟乙烯坩埚中，用水润湿后加入 10 ml 盐酸，于通风橱内的电热板上低温（50°C）加热，使样品初步分解，待蒸发至约剩 3 ml 左右时，加入 5 ml 硝酸，5ml 氢氟酸，加盖后于电热板上 120~130°C 加热 0.5~1h 左右，开盖加入 2ml 高氯酸，再加盖 150~160°C 加热 1h 左右，然后开盖，驱赶白烟并蒸至内容物呈不流动状态（趁热观察）。视消解情况，可再补加 3ml 硝酸、3ml 氢氟酸、1ml 高氯酸，重

复以上消解过程。取下坩埚稍冷，加入 1ml (1+1) 硝酸溶液，温热溶解可溶性残渣，转移至 50 ml 容量瓶中，冷却后用水定容至标线，摇匀。

5.5.3.5 固废全量的消解（微波法）

固废从分类看，有工业固废、农业固废及生活垃圾，其物理及性状千变万化，化学成分复杂，单独采用微波消解法具有一定的局限性，本标准组采用微波消解后，又选用了电热板赶酸。表 5-2 中列出了几种微波消解方法，本标准通过对选定的固废实际样品试验，参考《土壤、沉积物 金属元素全量的酸消解 微波消解法》（征求意见稿），选用硝酸-盐酸-氢氟酸混酸体系，微波消解内容与 EPA 3052 方法类似。

表 5-2 微波消解方法一览表

方法号	加酸种类及体积	测定元素	消解对象
EPA3052	9 ml 硝酸+3 ml 氢氟酸	铝、钡、铍、钙、铜、镍、钼、铅、铬、镉等	生物组织、油、被油污染的土壤、沉积物、淤泥和土壤基体
GB3085.3-2007 附录 S	10 ml 硝酸	铝、镉、铁、钼、钙、铅、镍、铬、钴、锰、硒、钒、钡、铜、锌、铍等	沉积物、污泥、土壤和油
《土壤、沉积物 金属元素全量的酸消解 微波消解法》（征求意见稿）	6 ml 硝酸+2ml 盐酸+2 ml 氢氟酸	铜、镍、铅、铬、镉等	土壤、沉积物

称取不超过 0.1-0.5g（精确至 0.1mg）（含油固废应适当少取）试样于微波消解罐中，用少量水润湿后加入 6 ml 硝酸，2ml 盐酸，2~5 ml 氢氟酸，对反应剧烈的样品应等反应平稳后加盖拧紧。按照设定的升温程序（表 5-3）进行消解，冷却后（或将溶液转移至 50 ml 聚四氟乙烯坩埚中）电热板加热，温度控制在 150℃-160℃，蒸至内容物呈粘稠状。取下坩埚稍冷，加入 1ml (1+1) 硝酸，温热溶解可溶性残渣，冷却后转移至 50 ml 容量瓶中，用水定容至标线，摇匀。在消解时各种酸的用量可视消解情况酌情增减，但加入的酸的体积应小于微波消解仪规定的限量体积。

表 5-3 微波消解升推荐温程序表

升温时间 (min)	消解温度 (°C)	保持时间 (min)
7	由室温升温到 120	3

5	120~160	3
5	160~190	25

注：由于固体废物种类较多，基体差异较大，在消解时各种酸的用量和消解时间可视消解情况酌情增减；电热板温度不宜太高，防止聚四氟乙烯坩埚变形；样品消解时，在蒸至近干时需特别小心，防止蒸干，否则待测元素会有损失。

5.6 分析步骤

5.6.1 石墨管的选择

铜属于容易原子化的元素，铍、镍属于中温原子化的元素，而钼属于难原子化（原子化温度 2800℃）元素，钼在高温下易形成碳化物，使钼难以从碳化物中释放出来继续原子化，信号回到基线需要 30s 或更长时间，吸收峰型变差或拖尾严重。普通石墨管耐高温性能差，寿命短，灵敏度低，记忆效应显著，进口热解涂层石墨管质量较好，空白值低，测量精度高，寿命长，本标准使用优质的热解涂层石墨管有效地解决了这个问题，用热解涂层石墨管能大大减少碳化物的形成，提高了灵敏度。

5.6.2 测量条件优化试验

5.6.2.1 石墨炉升温程序的优化

原子化程序包括干燥、灰化、原子化和清除阶段，其中灰化阶段最为重要。温度和时间的设计通过正交试验优化选择。试验采用的标准溶液的浓度铍为 2.0μg/L、镍为 20.0μg/L、铜为 20.0μg/L、钼为 10.0μg/L。

a. 干燥阶段

干燥目的是去除试样中的溶液和水分。干燥温度应根据溶剂沸点和含水情况设定，不宜过高，防止试样在石墨管内爆沸、迸溅而导致样品损失、测量精度和灵敏度下降。一般选择干燥温度略高于溶剂沸点。干燥时间取决于进样量和石墨炉结构，一般按仪器推荐干燥速率适当增加干燥时间。本标准设定的干燥程序为：室温→85℃/5s，85℃→95℃/40s，95℃→120℃/10s。

b. 灰化阶段

灰化目的是为了在原子化之前去除有机物或低沸点无机物，从而减轻基体干扰，降低背景吸收，一般原则是在保证待测元素不挥发损失的前提下，尽量提高灰化温度。灰化温度与基体改进剂有关，灰化时间取决于基体成份，若基体复杂，背景吸收高，可适当延长灰化时间。本标准中灰化温度和时间条件试验结果见图 5-1~图 5-8 及表 5-4。

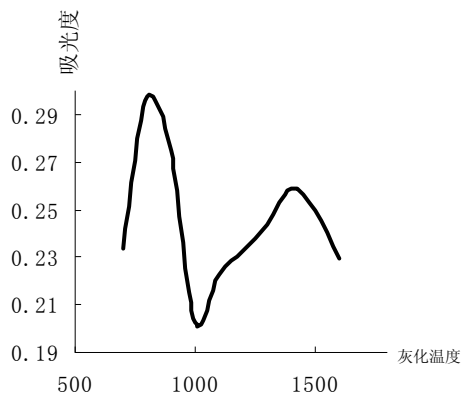


图 5-1 镍灰化温度曲线

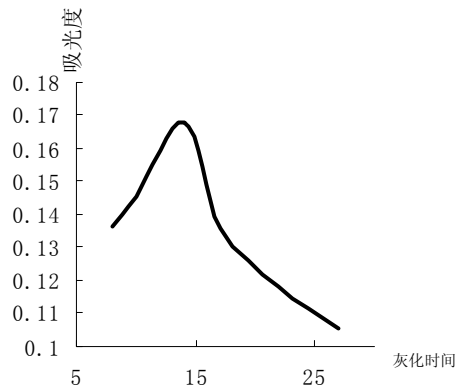


图 5-2 镍灰化时间曲线

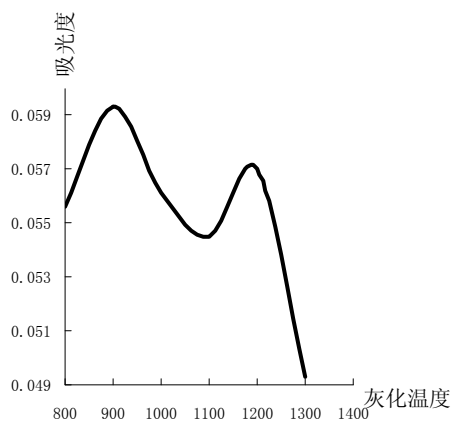


图 5-3 铜灰化温度曲线

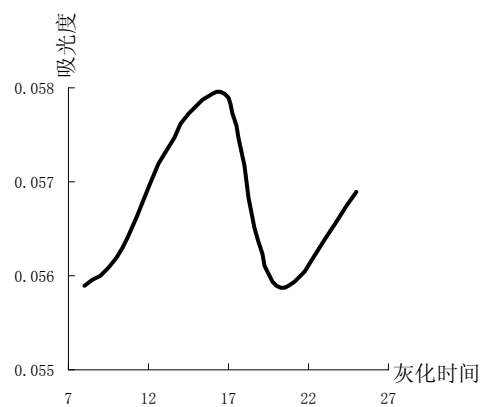


图 5-4 铜灰化时间曲线

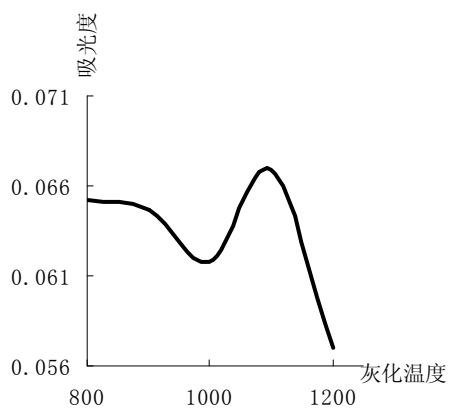


图 5-5 锌灰化温度曲线

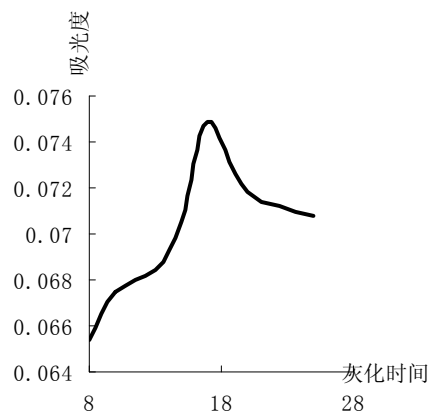


图 5-6 锌灰化时间曲线

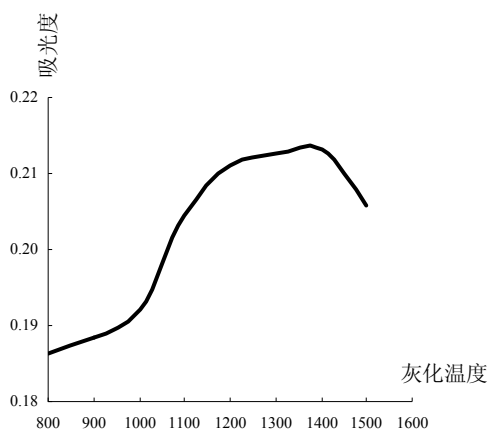


图 5-7 铅灰化温度曲线

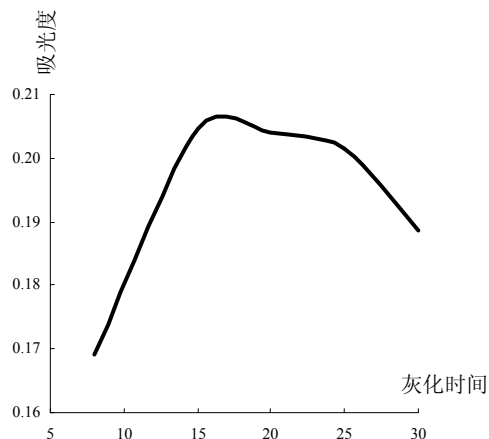


图 5-8 铅灰化时间曲线

表 5-4 灰化升温程序

元素	铍	镍	铜	钼
灰化温度(°C)	1400	1200	1100	1200
灰化时间(s)	14	15	17	15

c. 原子化阶段

原子化温度和时间取决于待测元素的性质。过低温度、不足的原子化时间会使信号降低，峰形变宽，记忆增大；过高则原子化太快，检测系统响应跟不上原子化信号，重现性和灵敏度下降，石墨管寿命缩短。在保证原子化完全情况下，原子化时间愈短愈好，一般升温 1 秒，保持 2 秒。过短时间则原子化不完全，过长则原子化器寿命缩短。本标准原子化温度和时间条件试验结果见图 5-9~图 5-16 及表 5-5。

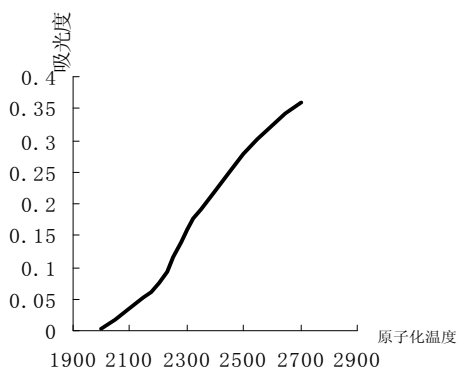


图 5-9 铍原子化温度曲线

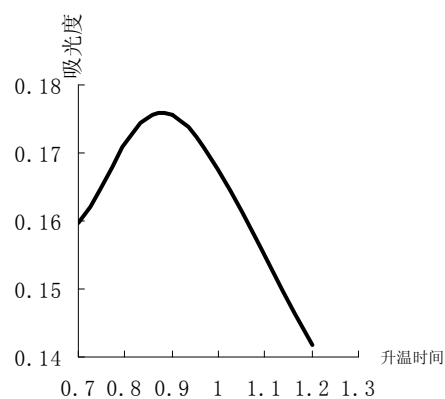


图 5-10 铍原子化时间曲线

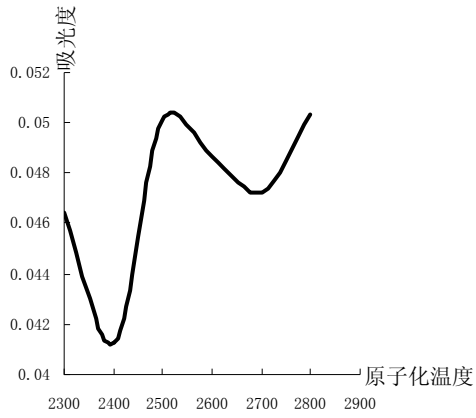


图 5-11 镍原子化温度曲线

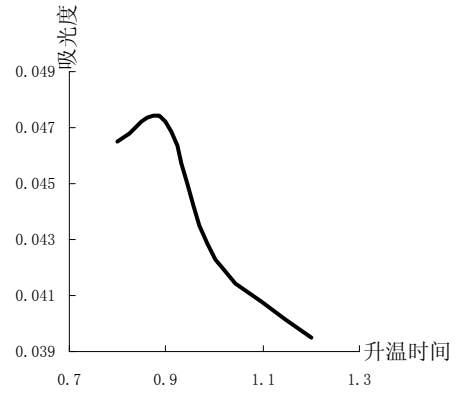


图 5-12 镍原子化时间曲线

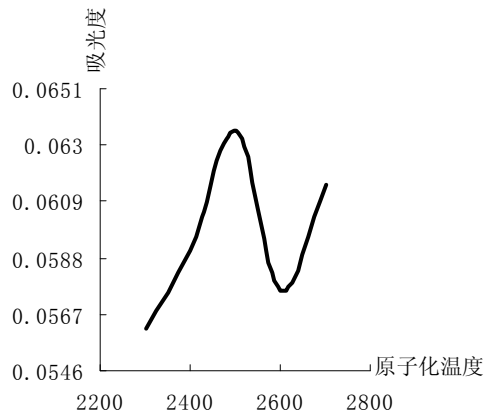


图 5-13 铜原子化温度曲线

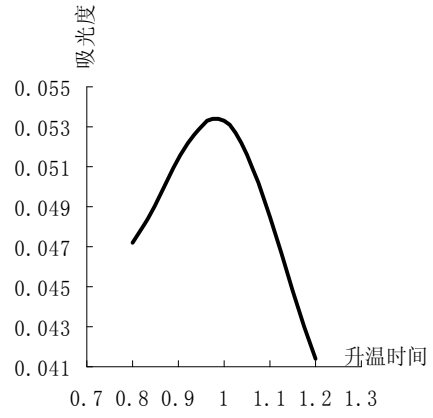


图 5-14 铜原子化时间曲线

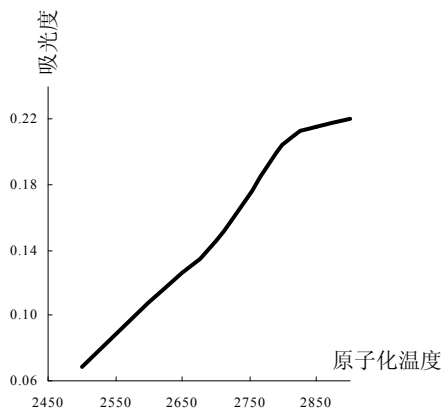


图 5-15 镉原子化温度曲线

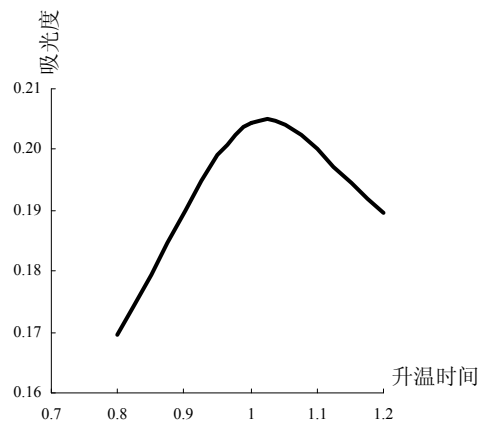


图 5-16 镉原子化时间曲线

表 5-5 原子化升温程序

元素	铍	镍	铜	钼
原子化温度(°C)	2600	2500	2500	2800
升温时间(s)	0.9	0.9	1.0	1.0
保持时间(s)	2.0	2.0	2.0	2.0

d.清除阶段

目的是去除残留，消除记忆效应。一般设定温度比原子比原子化温度高 50~100°C，时间宜短，否则原子化器寿命缩短。本标准铜镍设定的清除温度为 2550°C，时间为 2s，铍钼设定的清除温度分别为 2650°C和 2850°C，时间为 2s。

5.6.2.2 测定波长与光谱通带

以待测元素共振线为测定波长。若待测元素浓度很低，应选用灵敏线最高的共振线；若待测元素浓度很高，选用次灵敏线。通带宽度的选择原则是避开光谱干扰，通常与测定波长相关联。本标准采用的测定波长与通带宽度见表 5-6。

5.6.2.3 灯电源

单元素空心阴极灯可减少光谱干扰问题。工作电流选择最大工作电流的 40%~60%。单光束型仪器灯电源需预热 15min 以上。本标准采用的灯电源见表 5-6。

5.6.2.4 载气

本标准使用氩气作载气，流量为 300ml/min，原子化阶段停气。

5.6.2.5 进样量

本标准试验了 10μl、15μl、20μl 进样量，对比结果 20μl 进样量测定精度较高。对于灵敏度高的石墨炉原子吸收仪，测定高浓度样品中的铍，吸光度过高会导致校准曲线线性下降，为此可减少进样量解决问题。

不同型号的仪器设计不同，无法给出详细的操作说明。分析者因按厂家说明书和推荐意见自行研究确定测量条件。本文研究结果只能作为参考。

根据表 5-6 所列条件调节仪器，设定工作程序。

表 5-6 仪器参考测量条件

元 素	Be	Ni	Cu	Mo
光源	铍空心阴极灯	镍空心阴极灯	铜空心阴极灯	钼空心阴极灯
灯电流 (mA)	5.0	4.0	4.0	7.0

测定波长 (nm)	234.9	232.0	324.7	313.3
通带宽度 (nm)	1.0	0.2	0.5	0.5
干燥温度(°C)/时间(s)	85~120/55	85~120/55	85~120/55	85~120/55
灰化温度(°C)/时间(s)	1200~1400/10~15	900~1100/10~15	1000~1100/15~20	1200~1400/15~20
原子化温度(°C)/时间(s)	2600/2.9	2500/2.9	2500/3.0	2800/3.0
清除温度(°C)/时间(s)	2650/2	2550/2	2550/2	2850/2
原子化阶段是否停气	是	是	是	是
氯气流速(mL/min)	300	300	300	300
基体改进剂(μl)	2~5	-2~5	2~5	2~5
进样量(μl)	20	20	20	20

5.6.3 干扰与消除

5.6.3.1 共存元素干扰

在铍质量浓度为 2.0μg/L 的标准溶液中分别加入以下共存离子（以 mg/L 计）：Cu、Zn、Ni、Pb、Cd、Cr、Mn、Ba(10)，Ti(50)，K、Na、Ca、Al(100)，在所选的测定条件下，不干扰铍测定。铁对铍的测定产生负干扰，当铁的浓度为 20mg/L 时，2.0μg/L 铍浓度下降 20%，镁对铍的测定产生正干扰，当镁的浓度为 75mg/L 时，2.0μg/L 铍浓度增加 13%。

针对镁、铁对铍测定产生的干扰，通过加入钡盐基体改进剂可有效的消除，铁的共存浓度可达 50mg/L，镁的共存浓度可达 100mg/L，测定结果见图 5-17、图 5-18。

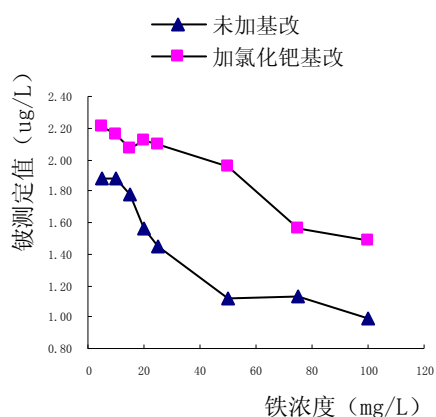


图 5-17 不同浓度铁对铍的影响

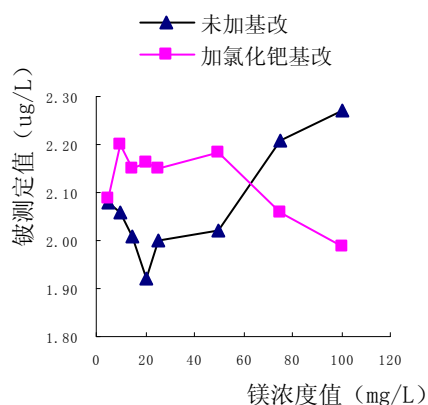


图 5-18 不同浓度镁对铍的影响

在钼质量浓度为 10.0μg/L 的标准溶液中分别加入质量浓度为 10mg/L 的 Ag、Al、B、Ba、Be、Bi、Cd、Co、Fe、Hg、Cr、Cs、Cu、Mg、Mn、Ni、Pb、Sb、Se、Sn、Sr、Ti、Tl、V、Zn 和 100mg/L 的 K、Na、Ca、Mg，在所选的测定条件下，测定结果无显著影响。

5.6.3.2 基体干扰

每种不同基体的样品，其粘度、表面张力和组成成分难与标准匹配，必须考虑干扰影响。采用稀释、基体改进剂或标准加入法消除。

a. 稀释法

样品用与配制校准曲线相同的溶剂稀释后重新分析，此法适用于有一定浓度的样品。

b. 基体改进剂

基体改进剂与待测元素生成难挥发的化合物，从而提高灰化温度，使得基体成分先蒸发去除，降低基体干扰，提高分析灵敏度。根据文献报道及相关资料，本试验选用了硝酸镁、硝酸铝、硝酸镧、氯化钡基体改进剂，分别对实际样品（固废浸出液、固废全量、土壤及沉积物）中的铍进行测定，测定结果显示选用氯化钡为基体改进剂效果最理想：铍测定灵敏度提高的同时，样品加标回收率稳定，原子化峰形好，没有“双峰”。

本标准编制组选择硝酸镁、磷酸二氢铵-硝酸镁、氯化钡-硝酸镁、氯化钡-抗坏血酸四种基体改进剂对铈测定，结果表明四种基体改进剂均能改善回收率，但硝酸镁和磷酸二氢铵-硝酸镁做基改剂灵敏度降低，氯化钡基-抗坏血酸基改剂对测量稳定性不好，故本标准推荐氯化钡-硝酸镁作为铈测定的基体改进剂。

本标准编制组根据文献选择硝酸镁、磷酸二氢铵、氯化钡、氯化钡-硝酸镁基体改进剂对实际样品镍测定，四种基体改进剂均能改善回收率，硝酸镁和磷酸二氢铵做基改剂虽然灵敏度增加，但原子化峰形不好，加标回收不稳定；氯化钡-硝酸镁基体改进剂测定镍比用氯化钡的灵敏度高，故本标准实验选氯化钡-硝酸镁基体改进剂测定镍，精密度和样品的加标回收较前三种好。

本标准编制组在测定铜的试验中，实际样品测定的精密度和加标回收都较好，但加入氯化钡-硝酸镁做基体改进剂后，灵敏度明显提高，故本标准推荐氯化钡-硝酸镁作为铜测定的基体改进剂。

c. 标准加入法

标准加入法有局限性，使用前必须关注以下几点来判断适用性：测定实际试样，吸光度为 A，从校正曲线上查得浓度为 x。再向实际试样中加入标准量 s，再进行测试，吸光值为 B，从校正曲线上查得浓度为 y。用下式计算实际试样中的含量 c：

$$c = \left(\frac{s}{y - x} \right) \times x$$

当存在基体效应时， $\frac{s}{y-x}$ 在 0.5~1.5 之间，可用标准加入法，当 $\frac{s}{y-x}$ 超出此范围时，

标准加入法不适用。

分别量取四等份量待测试样（浓度为 C_x ），配制总体积相同的四份溶液。第一份不加标准溶液，第二、三、四份分别按比例加入不同浓度的标准溶液，四份溶液的浓度分别为： C_x 、 C_x+C_0 、 C_x+2C_0 、 C_x+3C_0 ；加入标准的最小浓度 $C_0 \approx 0.5C_x$ ，用空白溶液调零，在相同条件下依次测定四份溶液的吸光度。以吸光度为纵坐标，加入标准溶液的浓度为横坐标，绘制校准曲线，曲线反向延伸与横坐标的交点即为待测样品的浓度。图 5-19 为标准加入法校准曲线示意图。表 5-7~表 5-10 为标准加入法测定铍、镍、铜、钼的加标回收的结果。

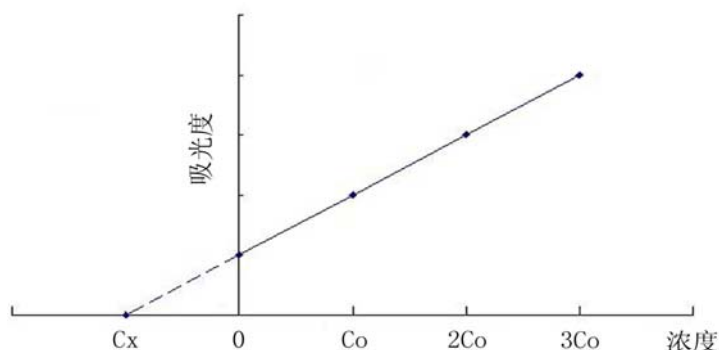


图 5-19 标准加入法校准曲线示意图

表 5-7 铍标准加入法测试数据 (进样量 8 μ l)

标准曲线法		标准加入法		
样品测定值(μ g/L)	回收率(%)	C_0 (μ g/L)	样品测定值(μ g/L)	回收率(%)
1.26	75.9	1.50	1.93	86.0

表 5-8 镍标准加入法测试数据 (进样量 8 μ l)

标准曲线法		标准加入法		
样品测定值(μ g/L)	回收率(%)	C_0 (μ g/L)	样品测定值(μ g/L)	回收率(%)
7.92	77.9	10.0	12.2	110

表 5-9 铜标准加入法测试数据 (进样量 8 μ l)

标准曲线法		标准加入法		
样品测定值(μ g/L)	回收率(%)	C_0 (μ g/L)	样品测定值(μ g/L)	回收率(%)
13.4	70.0	10.0	20.1	108

表 5-10 钼标准加入法测试数据 (进样量 10 μ l)

标准曲线法		标准加入法		
样品测定值($\mu\text{g/L}$)	回收率(%)	C_0 ($\mu\text{g/L}$)	样品测定值($\mu\text{g/L}$)	回收率(%)
15.5	75.5	20.0	23.0	87.5

5.6.3.3 背景校正器

文献报道，350nm 以下测量，背景校正很重要，因为原子化时，气态分子，盐粒或液雾会吸收或散射空心阴极灯发射的光，如不校正则引起信号增强。连续背景校正不能校正所有的背景干扰。必须用塞曼背景校正。

5.6.4 分析

5.6.4.1 空白试验

以水代替样品，按照样品制备和绘制校准曲线相同条件进行操作，浸出液和总量空白样品分别测定。

5.6.4.2 校准曲线

目前大多数石墨炉原子吸收分光光度仪配有自动配制标准溶液系列的设备和功能，一般根据试样、基体改进剂、稀释溶剂的体积和标准系列的浓度范围选择适当的母液浓度，本标准采用的标准溶液母液配制标准系列，浓度见表 5-7。

表 5-7 各元素标准系列

元素	1	2	3	4	5	6
铍 ($\mu\text{g/L}$)	0.00	0.5	1.0	2.0	3.0	5.0
镍 ($\mu\text{g/L}$)	0.00	5.0	10.0	20.0	30.0	50.0
铜 ($\mu\text{g/L}$)	0.00	5.0	10.0	20.0	30.0	50.0
钼 ($\mu\text{g/L}$)	0.00	5.0	10.0	20.0	30.0	50.0

按照仪器选定的工作条件，由低浓度到高浓度依次向石墨管注入 20 μL 标准溶液（需要时加入 2~5 μL 基体改进剂），测量标准系列的吸光度。以吸光度为纵坐标，待测元素质量浓度为横坐标，绘制校准曲线。

表 5-8 铍校准曲线测试数据表

标准溶液浓度($\mu\text{g/L}$)	0.00	0.5	1.0	2.0	3.0	5.0
吸光度	0.0077	0.0725	0.1319	0.2510	0.3573	0.5807
标准曲线回归方程	$y=0.114x+0.0152$					
相关系数	0.9996					

表 5-9 镍校准曲线测试数据表

标准溶液浓度(μg/L)	0.00	5.0	10.0	20.0	30.0	50.0
吸光度	0.0065	0.0321	0.0615	0.1200	0.1688	0.2900
标准曲线回归方程	y=0.0057x+0.0048					
相关系数	0.9995					

表 5-10- 铜校准曲线测试数据表

标准溶液浓度(μg/L)	0.00	5.00	10.0	20.0	30.0	50.0
吸光度	0.0107	0.0359	0.0618	0.1146	0.1620	0.2552
标准曲线回归方程	y=0.00490x+0.0127					
相关系数	0.9996					

表 5-11- 钼校准曲线测试数据表

标准溶液浓度(μg/L)	0.00	5.00	10.0	20.0	30.0	50.0
吸光度	0.0060	0.0565	0.1003	0.2004	0.3150	0.5204
标准曲线回归方程	y=0.0103x+0.0016					
相关系数	0.9996					

5.6.4.3 测定

将实验室样品按照与绘制校准曲线相同条件测定试样的吸光度。

5.7 结果计算与表示

5.7.1 浸出液中铍、镍、铜和钼浓度 $\rho(\mu\text{g/L})$ 按下式计算:

$$\rho = \rho_1 \times \frac{V_1}{V_2}$$

式中: ρ ——固体废物浸出液样品中铍、镍、铜、钼的质量浓度, $\mu\text{g/L}$;

ρ_1 ——由校准曲线查得的试样中铍、镍、铜、钼的质量浓度, $\mu\text{g/L}$;

V_1 ——浸出液消解后的定容体积, mL;

V_2 ——固体废物浸出液的取样体积, mL。

5.7.2 固体废物经全消解后铍、镍、铜和钼含量 $\omega(\text{mg/kg})$ 按下式计算:

$$\omega = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V_0}{m \times (1 - f) \times 1000}$$

式中: ω ——固体废物中铍、镍、铜和钼质量浓度, mg/kg ;

ρ_1 ——由校准曲线查得的试样中铍、镍、铜、钼的质量浓度, $\mu\text{g/L}$;

ρ_0 ——由校准曲线查得铍、镍、铜、钼的空白浓度, $\mu\text{g/L}$

V_0 ——消解后的定容体积, mL;

m ——称取固体废物样品的重量, g;

f ——固废试样含水率, %。

5.7.3 结果表示:

对于固体废物浸出液测定,当测定结果小于 100 μg/L 时,铍测定结果保留小数点后一位,镍、铜、钼测定结果保留至整数位;当测定结果大于等于 100 μg/L 时,保留三位有效数字。

对于固体废物全量测定,当测定结果小于 10.0mg/kg 时,铍测定结果保留小数点后两位,镍、铜、钼测定结果保留小数点后一位;当测定结果大于等于 10.0mg/kg 时,保留三位有效数字。

5.8 方法检出限和测定下限试验

5.8.1 方法检出限

按照《环境监测分析方法标准制修订技术导则》(HJ 168-2010)要求,浸出液用石英砂作为固废空白样品,铍、镍、钼添加低浓度标准;固废全消解液空白也添加低浓度铍、镍、钼标准,平行重复 7 次测定,按公式(1)计算方法检出限(MDL)。

$$MDL = t_{(n-1,0.99)} \times S \quad (1)$$

式中: n——样品平行测定次数;

$t_{(n-1,0.99)}$ ——自由度为 n-1,置信度为 99%的 t 分布(单侧);

S——n 次平行测定的标准偏差。

5.8.2 测定下限

《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》(HJ 168)中规定以 4 倍检出限作为测定下限。方法检出限、测定下限的测试结果见表 5-12、表 5-13、表 5-14、表 5-15。

表 5-12 方法检出限和测定下限试验数据表(铍)

平行样编号	浸出液测定值(μg/L)		全消解测定值(μg/L)	
	电热板法	微波法	电热板法	微波法
1	0.273	0.256	0.406	0.469
2	0.321	0.247	0.425	0.402
3	0.245	0.221	0.547	0.478
4	0.285	0.315	0.412	0.508
5	0.277	0.248	0.469	0.612
6	0.204	0.266	0.521	0.477
7	0.233	0.246	0.433	0.486
平均值 \bar{X}_i	0.263	0.257	0.459	0.49

标准偏差Si	0.036	0.03	0.05	0.06
t值	3.143	3.143	3.143	3.143
检出限 (μg/L)	0.112	0.084	0.162	0.183
测定下限 (μg/L)	0.447	0.337	0.647	0.732

表 5-13 方法检出限和测定下限试验数据表 (镍)

平行样编号	浸出液测定值 (μg/L)		全消解测定值(μg/L)	
	电热板法	微波法	电热板法	微波法
1	3.27	3.53	3.02	2.69
2	4.01	3.42	3.56	3.20
3	3.56	3.11	3.11	2.89
4	3.48	4.05	3.89	3.21
5	3.55	3.54	4.02	2.77
6	2.87	3.66	3.20	2.87
7	3.95	3.87	3.33	2.78
平均值 \bar{X}_i	3.53	3.60	3.45	2.92
标准偏差Si	0.361	0.28	0.36	0.19
t值	3.143	3.143	3.143	3.143
检出限 (μg/L)	1.14	0.889	1.13	0.607
测定下限 (μg/L)	4.54	3.56	4.53	2.43

表 5-14 方法检出限和测定下限试验数据表 (铜)

平行样编号	浸出液测定值 (μg/L)		全消解测定值(μg/L)	
	电热板法	微波法	电热板法	微波法
1	3.75	3.56	2.73	2.53
2	3.65	3.86	3.05	2.41
3	3.88	4.21	2.29	2.11
4	4.02	4.01	3.28	2.45
5	4.15	3.66	2.55	2.47
6	4.23	3.71	2.74	2.98
7	4.77	4.09	2.95	2.66
平均值 \bar{X}_i	4.06	3.87	2.80	2.52
标准偏差Si	0.346	0.22	0.30	0.24
t值	3.143	3.143	3.143	3.143
检出限 (μg/L)	1.09	0.702	0.955	0.769
测定下限 (μg/L)	4.35	2.81	3.82	3.07

表 5-15 方法检出限和测定下限试验数据表 (钼)

平行样编号	浸出液测定值 (μg/L)		全消解测定值(μg/L)	
	电热板法	微波法	电热板法	微波法
1	1.62	1.53	1.05	1.52
2	1.85	1.85	1.56	1.46
3	1.32	1.22	1.47	1.77
4	1.47	1.77	1.03	1.55
5	1.98	1.63	1.95	1.24
6	1.75	1.65	1.37	1.63
7	2.11	1.35	1.64	1.53
平均值 \bar{X}_i	1.73	1.57	1.44	1.53
标准偏差Si	0.259	0.207	0.30	0.15
t值	3.143	3.143	3.143	3.143
检出限 (μg/L)	0.814	0.652	0.95	0.47
测定下限 (μg/L)	3.26	2.61	3.80	1.88

5.9 方法精密度测试数据

5.9.1 浸出液精密度

由于选择含有合适浓度目标物的固废有难度,因此本实验部分样品采取了用实际固废样品浸出液添加目标物的方法。

固废样品 1: 南京苏丹矿业有限公司固废浸出液添加低浓度铍钼;

固废样品 2: 上海梅山生化污泥浸出液;

固废样品 3: 南京城北污水处理厂污泥浸出液添加低浓度铜镍;

固废样品 4: 南京造币厂固废浸出液添加高浓度铜镍。

上述浸出液按 HJ/T 299 进行振荡,添加目标元素后混匀,再对浸出液进行消解、测定,分别进行 6 次样品平行测试,计算标准偏差和相对标准偏差。

表 5-16 固体废物浸出液铍精密度测定结果

平行样编号		固废样品 1		固废样品 2	
		电热板法	微波法	电热板法	微波法
测定结果 (μg/L)	1	3.21	3.03	6.52	7.01
	2	2.89	3.02	6.22	6.32
	3	3.05	2.75	6.10	6.55
	4	3.14	2.86	6.02	6.41
	5	3.27	3.11	5.55	6.77
	6	3.25	2.65	6.48	6.85
平均值 \bar{X}_i (μg/L)		3.13	2.90	6.15	6.65

标准偏差 S_i ($\mu\text{g/L}$)	0.131	0.164	0.324	0.245
相对标准偏差 RSD_i (%)	4.19	5.66	5.27	3.68

表 5-17 固体废物浸出液镍精密度测定结果

平行样编号		固废样品 3		固废样品 4	
		电热板法	微波法	电热板法	微波法
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	11.2	9.23	18.6	23.0
	2	10.6	9.63	18.3	21.0
	3	9.53	9.91	20.1	20.6
	4	10.3	9.52	20.7	20.9
	5	10.8	10.6	19.2	21.8
	6	9.63	11.2	19.5	20.7
平均值 \bar{X}_i ($\mu\text{g/L}$)		10.3	10.6	19.4	21.3
标准偏差 S_i ($\mu\text{g/L}$)		0.60	0.67	0.81	0.86
相对标准偏差 RSD_i (%)		5.84	6.34	4.17	4.02

表 5-18 固体废物浸出液铜精密度测定结果

平行样编号		固废样品 3		固废样品 4	
		电热板法	微波法	电热板法	微波法
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	20.1	19.7	90.3	97.3
	2	18.7	20.3	96.3	88.0
	3	17.3	19.2	96.3	90.6
	4	18.0	21.6	102	92.3
	5	17.1	18.3	108	94.6
	6	19.7	19.0	98.4	103
平均值 \bar{X}_i ($\mu\text{g/L}$)		18.5	19.7	98.6	94.3
标准偏差 S_i ($\mu\text{g/L}$)		1.14	1.05	5.47	4.91
相对标准偏差 RSD_i (%)		6.15	5.35	5.55	5.20

表 5-19 固体废物浸出液钨精密度测定结果

平行样编号		固废样品 1		固废样品 2	
		电热板法	微波法	电热板法	微波法
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	10.7	11.2	69.0	71.3
	2	11.0	10.6	70.2	74.1
	3	9.68	10.7	67.2	68.2
	4	9.81	12.5	64.0	72.3
	5	9.21	12.1	63.2	75.2
	6	9.44	10.9	71.6	69.3
平均值 \bar{X}_i ($\mu\text{g/L}$)		9.96	11.0	67.5	71.7

标准偏差 S_i ($\mu\text{g/L}$)	0.64	0.75	3.08	2.46
相对标准偏差 RSD_i (%)	6.44	6.83	4.56	3.43

5.9.2 全量消解精密度

选取固废样品 5（采自上海梅山矿业有限公司）和固废样品 6（采自南京云台山硫铁矿有限公司），进行消解、测定，分别进行 6 次样品平行测试，计算标准偏差和相对标准偏差。

表 5-20 固体废物全量消解**砷**精密度测定结果

平行样编号		固废样品 5		固废样品 6	
		电热板法	微波法	电热板法	微波法
测定结果 (mg/kg)	1	0.126	0.140	0.242	0.222
	2	0.139	0.139	0.260	0.220
	3	0.133	0.137	0.240	0.203
	4	0.117	0.132	0.243	0.218
	5	0.127	0.126	0.255	0.188
	6	0.125	0.122	0.267	0.220
平均值 \bar{X}_i (mg/kg)		0.128	0.133	0.251	0.212
标准偏差 S_i (mg/kg)		0.007	0.007	0.010	0.012
相对标准偏差 RSD_i (%)		5.25	5.04	4.01	5.77

表 5-21 固体废物全量消解**镍**精密度测定结果

平行样编号		固废样品 5		固废样品 6	
		电热板法	微波法	电热板法	微波法
测定结果 (mg/kg)	1	15.4	19.7	7.37	8.03
	2	17.6	19.1	7.19	8.17
	3	18.7	17.0	7.37	7.70
	4	16.2	18.0	6.70	7.89
	5	15.2	19.2	6.87	7.52
	6	15.9	17.0	7.62	8.37
平均值 \bar{X}_i (mg/kg)		16.5	18.3	7.19	7.95
标准偏差 S_i (mg/kg)		1.26	1.07	0.31	0.28
相对标准偏差 RSD_i (%)		7.62	5.82	4.36	3.57

表 5-22 固体废物全量消解**铜**精密度测定结果

平行样编号		固废样品 5		固废样品 6	
		电热板法	微波法	电热板法	微波法
测定结果 (mg/kg)	1	33.9	30.4	83.7	98.7
	2	39.6	32.8	84.1	87.7
	3	34.3	30.6	80.3	87.7
	4	37.9	35.5	88.1	91.0
	5	32.5	32.0	76.3	80.8

	6	36.2	35.3	76.6	82.0
平均值 \bar{X}_i (mg/kg)		35.7	32.8	81.5	88.0
标准偏差 S_i (mg/kg)		2.46	2.06	4.24	5.93
相对标准偏差 RSD_i (%)		6.87	6.29	5.20	6.75

表 5-23 固体废物**钨**全量消解精密度测定结果

平行样编号		固废样品 5		固废样品 6	
		电热板法	微波法	电热板法	微波法
测定结果 (mg/kg)	1	6.03	5.24	1.21	1.32
	2	5.68	5.58	1.43	1.56
	3	6.26	5.41	1.09	1.17
	4	5.68	5.52	1.53	1.43
	5	5.17	5.07	1.13	1.26
	6	5.40	4.98	1.26	1.17
平均值 \bar{X}_i (mg/kg)		5.71	5.30	1.27	1.32
标准偏差 S_i (mg/kg)		0.36	0.22	0.15	0.14
相对标准偏差 RSD_i (%)		6.39	4.18	12.1	10.7

5.10 方法准确度测试数据

5.10.1 浸出液加标测试

对固废样品 2 浸出液加钨标液，加标量为 2.0 $\mu\text{g/L}$ 、6.0 $\mu\text{g/L}$ ，分别进行 6 次样品平行测试，计算加标回收率。

对固废样品 2 浸出液加钨标液，加标量为 10.0 $\mu\text{g/L}$ 、20.0 $\mu\text{g/L}$ ，分别进行 6 次样品平行测试，计算加标回收率。

对固废样品 3 浸出液加铜镍混标测定，加标量分别为 10.0 $\mu\text{g/L}$ 、20.0 $\mu\text{g/L}$ ，进行 6 次样品平行测定，计算加标回收率。

表 5-24 固体废物浸出液**钨**实际样品加标测试数据

平行样编号		固废样品 1 加标--1				固废样品 1 加标--2			
		电热板法		微波法		电热板法		微波法	
		样品	加标样	样品	加标样	样品	加标样	样品	加标样
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	3.21	5.32	3.03	5.22	3.21	8.52	3.03	9.47
	2	2.89	5.62	3.02	5.11	2.89	8.63	3.02	9.21
	3	3.05	5.14	2.75	4.85	3.05	8.45	2.75	9.14
	4	3.14	5.86	2.86	5.03	3.14	8.01	2.86	9.54
	5	3.27	5.24	3.11	4.65	3.27	7.89	3.11	9.77
	6	3.25	5.26	2.65	4.95	3.25	8.88	2.65	10.0

平均值 \bar{X}_i 、 \bar{Y}_i ($\mu\text{g/L}$)	3.13	5.41	2.90	4.97	3.13	8.40	2.90	9.52
加标量 μ ($\mu\text{g/L}$)	2.00		2.00		6.00		6.00	
加标回收率 P_i (%)	114		103		87.7		110	
注 1: \bar{X}_i 为实际样品测试均值, \bar{Y}_i 为加标样品测试均值								

表 5-25 固体废物浸出液镍实际样品加标测试数据

平行样编号		固废样品 3 加标--1				固废样品 3 加标--2			
		电热板法		微波法		电热板法		微波法	
		样品	加标样	样品	加标样	样品	加标样	样品	加标样
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	11.2	17.2	9.23	19.2	11.2	25.3	9.23	27.6
	2	10.6	18.4	9.63	21.6	10.6	27.1	9.63	29.2
	3	9.53	21.3	9.91	19.3	9.53	28.0	9.91	28.5
	4	10.3	19.6	9.52	17.6	10.3	29.5	9.52	27.7
	5	10.8	18.7	10.6	19.9	10.8	27.5	10.6	29.2
	6	9.63	19.1	11.2	20.3	9.63	28.3	11.2	27.2
平均值 \bar{X}_i 、 \bar{Y}_i ($\mu\text{g/L}$)		10.3	19.0	10.6	19.6	10.3	27.6	10.6	28.2
加标量 μ ($\mu\text{g/L}$)		10.0		10.0		20.0		20.0	
加标回收率 P_i (%)		87.0		90.4		86.4		88.2	
注 1: \bar{X}_i 为实际样品测试均值, \bar{Y}_i 为加标样品测试均值									

表 5-26 固体废物浸出液铜实际样品加标测试数据

平行样编号		固废样品 3 加标--1				固废样品 3 加标--2			
		电热板法		微波法		电热板法		微波法	
		样品	加标样	样品	加标样	样品	加标样	样品	加标样
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	20.1	26.3	19.7	25.2	20.1	40.2	19.7	40.0
	2	18.7	28.6	20.3	28.6	18.7	44.1	20.3	40.2
	3	17.3	29.0	19.2	27.1	17.3	41.6	19.2	38.6
	4	18.0	28.6	21.6	31.3	18.0	40.6	21.6	37.9
	5	17.1	30.2	18.3	27.8	17.1	41.0	18.3	37.4
	6	19.7	29.5	19.0	28.6	19.7	41.7	19.0	39.5
平均值 \bar{X}_i 、 \bar{Y}_i ($\mu\text{g/L}$)		18.5	28.7	19.7	28.1	18.5	41.5	19.7	38.9
加标量 μ ($\mu\text{g/L}$)		10.0		10.0		20.0		20.0	
加标回收率 P_i (%)		102		84.1		115		96.3	
注 1: \bar{X}_i 为实际样品测试均值, \bar{Y}_i 为加标样品测试均值									

表 5-27 固体废物浸出液铅实际样品加标测试数据

平行样编号	固废样品 1 加标--1	固废样品 1 加标--2
-------	--------------	--------------

		电热板法		微波法		电热板法		微波法	
		样品	加标样	样品	加标样	样品	加标样	样品	加标样
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	10.7	20.3	11.2	23.7	10.7	27.4	11.2	25.3
	2	11.0	18.6	10.6	21.0	11.0	30.3	10.6	27.2
	3	9.68	22.1	10.7	24.1	9.68	25.3	10.7	28.0
	4	9.81	20.3	12.5	20.4	9.81	30.4	12.5	28.4
	5	9.21	18.8	12.1	23.1	9.21	28.6	12.1	31.0
	6	9.44	21.6	10.9	23.4	9.44	24.1	10.9	28.0
平均值 \bar{X}_i 、 \bar{Y}_i ($\mu\text{g/L}$)		9.96	20.3	11.0	22.6	9.96	27.7	11.0	28.0
加标量 μ ($\mu\text{g/L}$)		10.0		10.0		20.0		20.0	
加标回收率 P_i (%)		103		116		88.6		84.8	
注 1: \bar{X}_i 为实际样品测试均值, \bar{Y}_i 为加标样品测试均值									

5.10.2 全量消解加标测试

对固废样品 5 加入铜镍标准溶液, 进行加标回收实验, 对固废样品 6 加入铍钼标准溶液, 进行加标回收实验, 分别 6 次平行测定, 计算加标回收率。

表 5-28 固体废物全量铍实际样品加标测试数据

平行样编号		固废样品 6 加标--1				固废样品 6 加标--2			
		电热板法		微波法		电热板法		微波法	
		样品	加标样	样品	加标样	样品	加标样	样品	加标样
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	0.754	3.41	0.841	3.12	0.754	5.26	0.841	4.65
	2	0.833	3.04	0.832	2.54	0.833	6.23	0.832	4.98
	3	0.795	2.54	0.823	2.89	0.795	6.14	0.823	5.04
	4	0.704	3.21	0.789	3.26	0.704	5.69	0.789	4.63
	5	0.761	3.33	0.756	2.96	0.761	6.02	0.756	4.48
	6	0.747	3.40	0.733	3.19	0.747	5.52	0.733	4.46
平均值 \bar{X}_i 、 \bar{Y}_i ($\mu\text{g/L}$)		0.766	3.16	0.796	2.99	0.766	5.81	0.796	4.71
加标量 μ (μg)		0.10		0.10		0.20		0.20	
加标回收率 P_i (%)		82.4		86.1		108		112	
注 1: \bar{X}_i 为实际样品消解液测试均值, \bar{Y}_i 为加标样品消解后测试均值。消解定容体积 50.0mL									

表 5-29 固体废物全量镍实际样品加标测试数据

平行样编号		固废样品 5 加标--1				固废样品 5 加标--2			
		电热板法		微波法		电热板法		微波法	
		样品	加标样	样品	加标样	样品	加标样	样品	加标样
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	924	153	118	162	924	265	118	234
	2	106	134	115	152	106	272	115	227

	3	112	146	102	134	112	287	102	235
	4	97.4	132	108	168	97.4	241	108	241
	5	91.0	159	115	147	91.0	259	115	249
	6	95.6	152	102	142	95.6	236	102	214
平均值 \bar{X}_i 、 \bar{Y}_i ($\mu\text{g/L}$)		91.1	146	110	151	91.1	260	110	233
加标量 μ (μg)		2.50		2.50		7.50		7.50	
加标回收率 P_i (%)		110		81.7		113		82.3	
注 1: \bar{X}_i 为实际样品消解液测试均值, \bar{Y}_i 为加标样品消解后测试均值。消解定容体积 50.0mL									

表 5-30 固体废物全量铜实际样品加标测试数据

平行样编号		固废样品 5 加标--1				固废样品 5 加标--2			
		电热板法		微波法		电热板法		微波法	
		样品	加标样	样品	加标样	样品	加标样	样品	加标样
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	203	233	182	243	203	352	182	342
	2	238	236	197	213	238	362	197	334
	3	206	251	184	253	206	385	184	328
	4	228	262	213	241	228	351	213	319
	5	195	269	192	247	195	395	192	286
	6	217	283	212	258	217	358	212	336
平均值 \bar{X}_i 、 \bar{Y}_i ($\mu\text{g/L}$)		214	252	197	242	214	367	197	324
加标量 μ (μg)		2.50		2.50		7.50		7.50	
加标回收率 P_i (%)		82.5		91.9		102		85.1	
注 1: \bar{X}_i 为实际样品消解液测试均值, \bar{Y}_i 为加标样品消解后测试均值。消解定容体积 50.0mL									

表 5-31 固体废物全量铝实际样品加标测试数据

平行样编号		固废样品 6 加标--1				固废样品 6 加标--2			
		电热板法		微波法		电热板法		微波法	
		样品	加标样	样品	加标样	样品	加标样	样品	加标样
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	7.26	20.4	7.89	17.4	7.26	24.6	7.89	25.6
	2	8.55	18.5	9.35	15.0	8.55	23.3	9.35	28.6
	3	6.56	19.6	7.00	19.1	6.56	24.9	7.00	24.5
	4	9.15	16.6	8.56	16.9	9.15	25.6	8.56	28.5
	5	6.78	21.0	7.56	14.7	6.78	21.3	7.56	26.5
	6	7.55	19.3	6.99	15.0	7.55	24.1	6.99	22.3
平均值 \bar{X}_i 、 \bar{Y}_i ($\mu\text{g/L}$)		7.64	19.3	7.89	16.3	7.64	24.0	7.89	26.0
加标量 μ (μg)		0.50		0.50		1.00		1.00	
加标回收率 P_i (%)		116		84.5		81.6		90.6	

注 1: \bar{X}_i 为实际样品消解液测试均值, \bar{Y}_i 为加标样品消解后测试均值。消解定容体积 50.0mL

5.11 质量保证和质量控制

5.11.1 空白实验

每批样品最少要有 2 个全程序空白, 浸出液全程序空白的浓度不应大于方法检出限值。

5.11.2 校准曲线

由于仪器状态、环境温度、试剂纯度和贮存时间等因素的不稳定性, 每次测量应绘制校准曲线, 其相关系数在 0.995 以上。

校准曲线测定完毕、每测 10 个样品和分析结束后, 需测定校准空白和一个位于曲线中间范围的质控样, 确保质控样测量值的变化不大于 10%。

5.11.3 测量精密度控制

每批样品按 10%的比例随机进行平行测定, 平行样相对偏差按下式计算:

$$\text{相对偏差 (\%)} = |x_1 \text{ 或 } x_2 - \bar{x}| \times 100 / \bar{x}$$

式中: x_1 ——样品测定值;

x_2 ——平行样品测定值;

\bar{x} ——两次样品测定平均值。

实验室内部平行测定的相对偏差应小于 20%。

5.11.4 测量准确度控制

每批样品浸出液按 10%的比例随机进行加标回收测量(样品数量少于 10 至少做一次), 实验室内部加标回收率在 80~120%之间。

5.11.5 数据处理

数据修约及异常值判断等按 GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定的要求进行。

5.12 废弃物的处理

实验中产生的废弃标准溶液、危险样品、废酸等废料应当回收, 并送具有资质的单位集中处理。

5.13 注意事项

5.13.1 实验所用的玻璃器皿需先用洗涤剂洗净, 再用 (1+4) 硝酸溶液浸泡 24h, 使用前再

依次用自来水、去离子水洗净。对于新器皿，应作相应的空白检查后才能使用。

5.13.2 对所有试剂均应做空白检查。配制标准溶液与样品应使用同一瓶试剂。

6.方法验证

6.1 方法验证方案

6.1.1 验证单位及参加验证人员情况

组织六家单位参加了方法验证：泰州市环境监测中心站、常州市环境监测中心站、苏州市环境监测中心站、镇江市环境监测中心站、江苏省理化分析测试中心、南京市自来水总公司水质监测中心。

参与方法验证的实验室、验证人员的基本情况，见表 6-1。

表 6-1 参与方法验证的实验室、人员情况表

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
泰州市环境监测中心站	陈军	男	46	副站长/高工	环境监测	25
	乐小亮	男	29	助工	生物工程	3
	倪刘建	男	32	工程师	土壤监测	7
常州市环境监测中心	毛志瑛	女	48	高级工程师	环境科学	25
	段雪梅	女	37	工程师	地理化学	11
	巢文军	男	32	工程师	化学工程与工艺	9
苏州市环境监测中心站	顾海东	男	39	高级工程师	环境化学	17
	杨倩	女	39	工程师	材料工程	17
	王隽	女	30	工程师	环境工程	8
镇江市环境监测中心站	董铮	男	33	工程师	化学工艺	9
	朱君	女	28	助理工程师	环境工程	4
江苏省理化测试中心	李新丽	女	44	高级工程师	化学	21
	唐健	女	34	工程师	海洋生物学	10
	杨凤岩	女	39	工程师	精细化工	16
南京市自来水总公司水质监测中心	赵啟天	女	34	技师	给水净化	7
	吴健	女	40	技师	化学	12
	谢艳芳	女	26	助理工程师	分析化学	2

6.1.2 方法验证方案

6.1.2.1 方法检出限、测定下限测定

按照 HJ168 的检出限确定方法，6 家实验室测定《固体废物 铍、镍、铜和钼的测定 石墨炉原子吸收分光光度法》中铍镍铜钼。

浸出液中铍：准确吸取 7 份铍标准使用液 1.0ml（浓度为 200.0 $\mu\text{g/L}$ ）于翻转振荡瓶中，称取 100g 石英砂代替固废实际样品，按 HJ/T299 振荡，按照方法全程序测试计算标准偏差。

浸出液中镍：准确吸取 7 份镍标准使用液 0.5ml（浓度为 10.0mg/L）于翻转振荡瓶中，称取 100g 石英砂代替固废实际样品，按 HJ/T299 振荡，按照方法全程序测试计算标准偏差。

浸出液中铜：称取 7 份 100g 石英砂代替固废实际样品于翻转振荡瓶中，按 HJ/T299 振荡，按照方法全程序测试计算标准偏差。

浸出液中钼：准确吸取 7 份钼标准使用液（浓度为 500.0 $\mu\text{g/L}$ ）4.0ml 于翻转振荡瓶中，称取 100g 石英砂代替固废实际样品，按 HJ/T299 振荡，按照方法全程序测试计算标准偏差。

全量铍：准确吸取 7 份铍标准使用液（浓度为 100.0 $\mu\text{g/L}$ ）0.25ml 于聚四氟乙烯烧杯中，按照方法全程序测试、计算标准偏差。

全量镍：准确吸取 7 份铍标准使用液（浓度为 100.0 $\mu\text{g/L}$ ）1.0ml 于聚四氟乙烯烧杯中，按照方法全程序测试、计算标准偏差。

全量铜：用去离子水代替试料加入聚四氟乙烯烧杯中，按照方法全程序测试、计算标准偏差。

全量钼：准确吸取 7 份钼标准使用液（浓度为 100.0 $\mu\text{g/L}$ ）1.0ml 与聚四氟乙烯烧杯中，按照方法全程序测试、计算标准偏差。

6.1.2.2 方法精密度测定

浸出液中镍铜：称取固废样品 1 和固废样品 2，按照方法全程序分别进行平行 (n=6) 测试，计算标准偏差。

浸出液中铍钼：称取固废样品 3 和固废样品 4，按照方法全程序分别进行平行 (n=6) 测试，计算标准偏差。

全量铍镍铜钼：称取固废样品 5 和固废样品 6，按照方法全程序消解、测试，分别进行平行 (n=6) 测试，计算标准偏差。

全量消解称样量均为 0.300g，定容体积为 50.0mL。

6.1.2.3 方法准确度测定

浸出液中镍铜：对固废样品 1 加标，加标量分别为 10.0 μg/L 和 20.0 μg/L，按照方法全程序分别进行平行 (n=6) 测试，计算加标回收率。

浸出液中铍：对固废样品 3 加标，加标量分别为 2.00 μg/L 和 6.00 μg/L，按照方法全程序分别进行平行 (n=6) 测试，计算加标回收率。

浸出液中钼：对固废样品 3 加标，加标量分别为 10.0 μg/L 和 20.0 μg/L，按照方法全程序分别进行平行 (n=6) 测试，计算加标回收率。

全量铍：对固废样品 6 加标，加标量分别为 0.10 μg 和 0.20 μg，按照方法全程序分别进行平行 (n=6) 测试，计算加标回收率。

全量镍：对固废样品 5 加标，加标量分别为 2.50 μg 和 7.50 μg，按照方法全程序分别进行平行 (n=6) 测试，计算加标回收率。。

全量铜：对固废样品 5 加标，加标量分别为 2.50 μg 和 7.50 μg，按照方法全程序分别进行平行 (n=6) 测试，计算加标回收率。

全量钼：对固废样品 6 加标，加标量分别为 0.50 μg 和 1.00 μg，按照方法全程序分别进行平行 (n=6) 测试，计算加标回收率。

全量消解称样量均为 0.300g，定容体积为 50.0mL。

6.1.2.4 消解方式的选择

采用电热板消解法还是微波消解法视实验室自身条件而定，只需选其中一种即可，但需注明。

6.2 方法验证过程

通过筛选确定方法验证单位。按照方法验证方案准备实验用品，与验证单位确定验证时间。在方法验证前，参加验证的操作人员应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应符合方法相关要求。

6.3 方法验证结论

本标准制定的《方法验证报告》见附件一。

六家实验室验证结果表明，方法精密度和准确度统计结果能满足方法特性指标要求。

7 与开题报告的差异

本标准的主要技术内容与开题论证报告中的计划之间无差异。

8 参考文献

[1] EPA METHOD 3010A ACID DIGESTION OF AQUEOUS SAMPLES AND EXTRACTS FOR TOTAL METALS FOR ANALYSIS BY FLAA OR ICP SPECTROSCOPY , U.S.EPA, July 1992

[2] EPA METHOD 3015A MICROWAVE ASSISTED ACID DIGESTION OF AQUEOUS SAMPLES AND EXTRACTS , U.S.EPA, January 1998

[3] EPA METHOD 3020A ACID DIGESTION OF AQUEOUS SAMPLES AND EXTRACTS FOR TOTAL METALS FOR ANALYSIS BY GFAA SPECTROSCOPY, U.S.EPA, July 1992

[4] EPA METHOD 3050B ACID DIGESTION OF SEDIMENTS, SLUDGES, AND SOILS , U.S.EPA, December 1996

[5] EPA METHOD 3051A MICROWAVE ASSISTED ACID DIGESTION OF SEDIMENTS, SLUDGES, SOILS, AND OILS, U.S.EPA, January 1998

[6] EPA METHOD 7000B FLAME ATOMIC ABSORPTION SPECTROPHOTOMETRY , U.S.EPA, January 1998

[7] EPA METHOD 3052 MICROWAVE ASSISTED ACID DIGESTION OF SILICEOUS AND ORGANICALLY BASED MATRICES

[8] EPA METHOD 7010 GRAPHITE FURNACE ATOMIC ABSORPTION SPECTROPHOTOMETRY , U.S.EPA, January 1998

[9] EPA Method 200.7 TRACE ELEMENTS IN WATER, SOLIDS, AND BIOSOLIDS BY INDUCTIVELY COUPLED PLASMA-ATOMIC EMISSION SPECTROMETRY, U.S.EPA, January 2001

[10] EPA Method 200.8 DETERMINATION OF TRACE ELEMENTS IN WATERS AND WASTES BY INDUCTIVELY COUPLED PLASMA - MASS SPECTROMETRY , U.S.EPA, May 1996

[11] EPA Method 200.9 TRACE ELEMENTS IN WATER, SOLIDS, AND BIOSOLIDS BY STABILIZED TEMPERATURE GRAPHITE FURNACE ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY , U.S.EPA, January 2001

[12] U.S. EPA Method 249.1 Nickel (AA, Direct Aspiration), Approved for NPDES (Editorial Revision 1978)

[13] U.S. EPA Method 249.2 Nickel (AA, Furnace Technique), Approved for NPDES (Issued

1978)

[14] U.S. EPA Method 220.1 Copper (AA, Direct Aspiration), Approved for NPDES (Editorial Revision 1974, 1978)

[15] U.S. EPA Method 220.2 Copper (AA, Furnace Technique), Approved for NPDES (Issued 1978)

[16] U.S. EPA Method 210.1 Berllium (AA, Direct Aspiration), Approved for NPDES (Editorial Revision 1978)

[17] U.S. EPA Method 210.2 Berllium (AA, Furnace Technique), Approved for NPDES (Issued 1978)

[18] U.S. EPA Method 246.1 Molybdenum (AA, Direct Aspiration), Approved for NPDES (Editorial Revision 1978)

[19] U.S. EPA Method 246.2 Molybdenum (AA, Furnace Technique), Approved for NPDES (Issued 1978)

[20] 《区域地球化学勘查样品分析方法》，叶家瑜 江宝林，地质出版社，ISBN7-116-04200-8

[21] 《土壤和固体废弃物监测分析及技术》，刘凤枝，化学工业出版社，ISBN 9787502593759

[22] 原子吸收光谱分析，邓勃 何华焜，化学工业出版社 ISBN 7-5025-5700-8

[23] 原子吸收光谱分析技术，孙汉文，中国科学技术出版社，ISBN 7-5046-0615-4

[24] 分析测试中的数理统计和质量保证，蒋子刚 顾雪梅，华东化工学院出版社 ISBN 7-5628-0173-8

[25] GB/T 5750.6-2006 《生活饮用水标准检验方法 金属指标》

[26] GB 5085.3-2007 《危险废物鉴别标准 浸出毒性鉴别》

[27] GB/T 15555.2-1995 《固体废物 铜、锌、铅、镉的测定 原子吸收分光光度法》

[28] HJ 557-2010 《固体废物 浸出毒性浸出方法 水平振荡法》

[29] HJ/T 300-2007 《固体废物 浸出毒性浸出方法 醋酸缓冲溶液法》

[30] HJ/T 299-2007 《固体废物 浸出毒性浸出方法 硫酸硝酸法》

[31] HJ/T 298-2007 《危险废物鉴别技术规范》

[32] GB16889-2008 《生活垃圾填埋场污染控制标准》

[33] GB18598-2001 《危险废物填埋污染控制标准》

- [34]GB8173-87 《农用粉煤灰中污染物控制标准》
- [35]GB4284-84 《农用污泥中污染物控制标准》
- [36] GB11912-1989 《水质 镍的测定 火焰原子吸收分光光度法》
- [37] GB7475-1987 《水质 铜、锌、铅、镉的测定 原子吸收分光光度法》
- [38] GB/T 17138-1997 《土壤质量 铜、锌的测定 火焰原子吸收分光光度法》
- [39] GB/T 17141-1997 《土壤质量 铅、镉的测定 石墨炉原子吸收分光光度法》
- [40] HJ xxx 《水质 金属总量的消解方法 硝酸消解法》
- [41] HJ xxx 《水质 金属总量的消解方法 微波酸溶法》
- [42] HJ xxx 《土壤、沉积物 金属元素全量的酸消解 微波消解法》（征求意见稿）

附件一

方法验证报告

方法名称：固体废物 铍 镍 铜和钼的测定
石墨炉原子吸收分光光度法

项目主编单位：南京市环境监测中心站

验证单位：泰州市环境监测中心站、常州市环境监测中心、苏州市环境监测中心站、镇江市环境监测中心站、江苏省理化测试中心、南京市自来水总公司水质监测中心

项目负责人及职称：任兰 工程师

通讯地址：南京市虎踞路 175 号

电 话：025-83336941

报告编写人及职称：任兰 工程师 杜青 高级工程师

报告日期：2012 年 9 月 30 日

本方法验证报告中 6 家实验室统计数据编号依次为泰州市环境监测中心站（实验室 1）、常州市环境监测中心（实验室 2）、苏州市环境监测中心站（实验室 3）、镇江环境监测中心站（实验室 4）、江苏省理化测试中心（实验室 5）、南京市自来水总公司水质监测中心（实验室 6）。

1. 原始测试数据

1.1 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
泰州市环境监测中心站	陈军	男	46	副站长/高工	环境监测	25
	乐小亮	男	29	助工	生物工程	3
	倪刘建	男	32	工程师	土壤监测	7
常州市环境监测中心	毛志瑛	女	48	高级工程师	环境科学	25
	段雪梅	女	37	工程师	地理化学	11
	巢文军	男	32	工程师	化学工程与工艺	9
苏州市环境监测中心站	顾海东	男	39	高级工程师	环境化学	17
	杨倩	女	39	工程师	材料工程	17
	王隽	女	30	工程师	环境工程	8
镇江市环境监测中心站	董铮	男	33	工程师	化学工艺	9
	朱君	女	28	助理工程师	环境工程	4
江苏省理化测试中心	李新丽	女	44	高级工程师	化学	21
	唐健	女	34	工程师	海洋生物学	10
	杨凤岩	女	39	工程师	精细化工	16
南京市自来水总公司水质监测中心	赵啟天	女	34	技师	给水净化	7
	吴健	女	40	技师	化学	12
	谢艳芳	女	26	助理工程师	分析化学	2

表 1-2 使用仪器情况登记表

编号	验证实验室	规格型号	仪器编号	性能状况
1	泰州市环境监测中心站	PEAA-700	700S1100106	良好
2	常州市环境监测中心	Varian AA 240Z	EL08084227	正常
3	苏州市环境监测中心站	SOLAAR M6	650888	良好
4	镇江市环境监测中心站	瓦里安 AA-220Z	EL01034912	正常
5	江苏省理化测试中心	Varian AA240FS-GTA220	021000090	正常
6	南京市自来水总公司水质监测中心	AA-220Z	EL01023779	正常

表 1-3 使用试剂及溶剂登记表

验证实验室	试剂（标液）名称	生产厂家、规格	纯度	备注
泰州市环境监测中心站	硝酸	国药集团	优级纯	
	盐酸	国药集团	优级纯	
	高氯酸	桃浦化工	分析纯	
	氢氟酸	国药集团	优级纯	
	过氧化氢	上海中试化工总公司	优级纯	
	铍标准溶液	国家环境保护总局标准样品研究所	/	
	镍标准溶液	国家环境保护总局标准样品研究所	/	
	铜标准溶液	国家环境保护总局标准样品研究所	/	
	钼标准溶液	国家环境保护总局标准样品研究所	/	
	氯化钡	国药集团	优级纯	
	硝酸钡	国药集团	优级纯	
	硝酸镁	国药集团	优级纯	
	常州市环境监测中心	硝酸	国药集团化学试剂有限公司	G. R.
盐酸		国药集团化学试剂有限公司	G. R.	
高氯酸		国药集团化学试剂有限公司	G. R.	
氢氟酸		国药集团化学试剂有限公司	G. R.	
过氧化氢		国药集团化学试剂有限公司	G. R.	
铍标准溶液		中国计量科学研究院	/	
镍标准溶液		中国计量科学研究院	/	
铜标准溶液		中国计量科学研究院	/	
钼标准溶液		中国计量科学研究院	/	

	氯化钡	国药集团化学试剂有限公司	A. R	
	硝酸钡	上海久山化工有限公司	A. R	
	硝酸镁	上海安谱科学仪器有限公司	G. R.	
苏州市环境监测中心站	硝酸	国药集团	GR	
	盐酸	国药集团	GR	
	高氯酸	国药集团	GR	
	氢氟酸	国药集团	GR	
	过氧化氢	国药集团	GR	
	铍标准溶液	中国计量科学研究所	/	
	镍标准溶液	中国计量科学研究所	/	
	铜标准溶液	中国计量科学研究所	/	
	钼标准溶液	中国计量科学研究所	/	
	氯化钡	北京试剂研究所	AR	
	硝酸钡	北京试剂研究所	AR	
	硝酸镁	北京试剂研究所	AR	
镇江市环境监测中心站	硝酸	南京化学试剂有限公司	GR	
	盐酸	南京化学试剂有限公司	GR	
	高氯酸	国药集团化学试剂有限公司	GR	
	氢氟酸	国药集团化学试剂有限公司	GR	
	过氧化氢	国药集团化学试剂有限公司	GR	
	铍标准溶液	国家环境保护总局标准样品研究所	/	
	镍标准溶液	国家环境保护总局标准样品研究所	/	

	铜标准溶液	国家环境保护总局标准样品研究所	/	
	钼标准溶液	国家环境保护总局标准样品研究所	/	
	氯化钡	北京试剂研究所	AR	
	硝酸钡	北京试剂研究所	AR	
	硝酸镁	北京试剂研究所	AR	
江苏省理化 测试中心	硝酸	国药集团	优级纯	
	盐酸	国药集团	优级纯	
	高氯酸	国药集团	优级纯	
	氢氟酸	国药集团	优级纯	
	过氧化氢	国药集团	优级纯	
	铍标准溶液	国家有色金属及电子材料分析测试中心	/	
	镍标准溶液	国家有色金属及电子材料分析测试中心	/	
	铜标准溶液	国家有色金属及电子材料分析测试中心	/	
	钼标准溶液	国家有色金属及电子材料分析测试中心	/	
	氯化钡	美国 SPEX	/	
	硝酸钡	美国 SPEX	/	
	硝酸镁	国药集团	优级纯	
	南京市自来 水总公司水 质监测中心	硝酸	南京化学试剂厂	GR
盐酸		南京化学试剂厂	GR	
高氯酸		国药集团	GR	
氢氟酸		国药集团	GR	
过氧化氢		南京化学试剂厂	GR	

	铍标准溶液	中国计量科学院	/	
	镍标准溶液	中国计量科学院	/	
	铜标准溶液	中国计量科学院	/	
	钼标准溶液	中国计量科学院	/	
	氯化钾	国药集团	A. R	
	硝酸钾	上海久山化工有限公司	A. R	
	硝酸镁	国药集团	GR	

1.2 方法检出限、测定下限测试数据

表1-2-1 固体废物浸出液和全量消解液铍检出限、测定下限测试数据表

验证单位：泰州市环境监测中心站

测试日期：2012.7~8

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号	浸出液测定值 (μg/L)	全消解测定值 (μg/L)
1	0.218	0.304
2	0.201	0.550
3	0.221	0.331
4	0.212	0.356
5	0.227	0.379
6	0.183	0.480
7	0.219	0.363
平均值 \bar{X}_i (μg/L)	0.212	0.395
标准偏差 S_i (μg/L)	0.014	0.081
t值	3.143	3.143
检出限 (μg/L)	0.044	0.256
测定下限 (μg/L)	0.175	1.024
注：1为实验室编号。		

表1-2-2 固体废物浸出液和全量消解液镍检出限、测定下限测试数据表

验证单位：泰州市环境监测中心站

测试日期：2012.7~8

消解方式：电热板法； 微波消解法

平行样编号	浸出液测定值 (μg/L)	全消解测定值 (μg/L)
1	3.83	2.42
2	3.24	3.13
3	3.87	3.09
4	3.26	3.43
5	3.9	4.09
6	3.38	3.23
7	3.69	3.95
平均值 \bar{X}_i (μg/L)	3.60	3.33
标准偏差 S_i (μg/L)	0.272	0.522
t值	3.143	3.143
检出限 (μg/L)	0.854	1.64
测定下限 (μg/L)	3.42	6.56
注：1为实验室编号。		

表1-2-3 固体废物浸出液和全量消解液铜检出限、测定下限测试数据表

验证单位：泰州市环境监测中心站

测试日期：2012.7~8

消解方式：电热板法； 微波消解法

平行样编号	浸出液测定值 (μg/L)	全消解测定值 (μg/L)
1	4.52	2.29
2	4.69	2.75
3	5.00	2.24
4	4.37	1.45
5	4.69	1.97
6	4.08	1.83
7	4.29	1.99
平均值 \bar{X}_i (μg/L)	4.52	2.07
标准偏差 S_i (μg/L)	0.282	0.378
t值	3.143	3.143
检出限 (μg/L)	0.887	1.19
测定下限 (μg/L)	3.55	4.75
注：1为实验室编号。		

表1-2-4 固体废物浸出液和全量消解液钨检出限、测定下限测试数据表

验证单位：泰州市环境监测中心
站

测试日期：2012.7~8

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号	浸出液测定值 (μg/L)	全消解测定值 (μg/L)
1	1.72	1.39
2	1.22	1.55
3	1.33	1.18
4	1.38	1.26
5	1.37	1.15
6	1.33	1.28
7	1.37	1.70
平均值 \bar{X}_1 (μg/L)	1.39	1.36
标准偏差 S_1 (μg/L)	0.144	0.187
t值	3.143	3.143
检出限 (μg/L)	0.454	0.589
测定下限 (μg/L)	1.81	2.35
注：1为实验室编号。		

表1-2-5 固体废物浸出液和全量消解液钼检出限、测定下限测试数据表

验证单位：常州市环境监测中心

测试日期：2012年4-5月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号	浸出液测定值 (μg/L)	全消解测定值 (μg/L)
1	0.229	0.314
2	0.186	0.562
3	0.225	0.344
4	0.174	0.375
5	0.213	0.394
6	0.205	0.476
7	0.195	0.381
平均值 \bar{X}_2 (μg/L)	0.204	0.407
标准偏差 S_2 (μg/L)	0.019	0.079
t值	3.143	3.143
检出限 (μg/L)	0.059	0.247
测定下限 (μg/L)	0.235	0.988
注：2为实验室编号。		

表1-2-6 固体废物浸出液和全量消解液镍检出限、测定下限测试数据表

验证单位：常州市环境监测中心

测试日期：2012年4-5月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号	浸出液测定值 (μg/L)	全消解测定值 (μg/L)
1	5.18	3.76
2	5.33	2.89
3	5.06	3.41
4	5.52	3.53
5	4.99	2.36
6	5.25	3.03
7	5.27	3.28
平均值 \bar{X}_2 (μg/L)	5.23	3.18
标准偏差 S_2 (μg/L)	0.163	0.431
t值	3.143	3.143
检出限 (μg/L)	0.511	1.35
测定下限 (μg/L)	2.04	5.42
注：2为实验室编号。		

表1-2-7 固体废物浸出液和全量消解液铜检出限、测定下限测试数据表

验证单位：常州市环境监测中心

测试日期：2012年4-5月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号	浸出液测定值 (μg/L)	全消解测定值 (μg/L)
1	3.26	2.63
2	3.45	2.24
3	3.71	2.80
4	3.42	2.33
5	3.43	2.58
6	3.46	2.59
7	3.76	3.76
平均值 \bar{X}_2 (μg/L)	3.50	2.70
标准偏差 S_2 (μg/L)	0.162	0.465
t值	3.143	3.143
检出限 (μg/L)	0.511	1.46
测定下限 (μg/L)	2.04	5.85
注：2为实验室编号。		

表1-2-8 固体废物浸出液和全量消解液钼检出限、测定下限测试数据表

验证单位：常州市环境监测中心

测试日期：2012年4-5月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号	浸出液测定值 (μg/L)	全消解测定值 (μg/L)
1	2.20	0.84
2	1.70	1.5
3	1.24	1.24
4	1.37	0.99
5	1.55	1.65
6	1.67	0.94
7	1.87	2.18
平均值 \bar{X}_2 (μg/L)	1.66	1.33
标准偏差 S_2 (μg/L)	0.295	0.442
t值	3.143	3.143
检出限 (μg/L)	0.928	1.39
测定下限 (μg/L)	3.71	5.56
注：2为实验室编号。		

表1-2-9 固体废物浸出液和全量消解液铍检出限、测定下限测试数据表

验证单位：苏州市环境监测中心站

测试日期：2012年6-7月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号	浸出液测定值 (μg/L)	全消解测定值 (μg/L)
1	0.165	0.33
2	0.201	0.578
3	0.250	0.388
4	0.215	0.242
5	0.223	0.449
6	0.212	0.479
7	0.201	0.347
平均值 \bar{X}_3 (μg/L)	0.210	0.402
标准偏差 S_3 (μg/L)	0.024	0.102
t值	3.143	3.143
检出限 (μg/L)	0.075	0.321
测定下限 (μg/L)	0.300	1.285

注：3为实验室编号。

表1-2-10 固体废物浸出液和全量消解液镍检出限、测定下限测试数据表

验证单位：苏州市环境监测中心
站

测试日期：2012年6-7月

消解方式：电热板法； 微波消解法

平行样编号	浸出液测定值 (μg/L)	全消解测定值 (μg/L)
1	4.96	2.32
2	4.45	3.49
3	5.04	2.27
4	4.78	3.83
5	4.87	2.92
6	4.49	2.77
7	4.45	2.62
平均值 \bar{X}_3 (μg/L)	4.72	2.89
标准偏差 S_3 (μg/L)	0.234	0.540
t值	3.143	3.143
检出限 (μg/L)	0.737	1.70
测定下限 (μg/L)	2.95	6.79

注：3为实验室编号。

表1-2-11 固体废物浸出液和全量消解液铜检出限、测定下限测试数据表

验证单位：苏州市环境监测中心站

测试日期：2012年6-7月

消解方式：电热板法； 微波消解法

平行样编号	浸出液测定值 (μg/L)	全消解测定值 (μg/L)
1	2.92	3.18
2	2.65	2.49
3	3.00	3.27
4	3.32	3.14
5	2.95	3.14
6	3.22	2.89
7	3.13	3.29
平均值 \bar{X}_3 (μg/L)	3.03	3.06
标准偏差 S_3 (μg/L)	0.205	0.261
t值	3.143	3.143
检出限 (μg/L)	0.644	0.821
测定下限 (μg/L)	2.58	3.29

注：3为实验室编号。

表1-2-12 固体废物浸出液和全量消解液铅检出限、测定下限测试数据表

验证单位：苏州市环境监测中心站

测试日期：2012年6-7月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号	浸出液测定值 (μg/L)	全消解测定值 (μg/L)
1	2.06	1.78
2	1.99	2.28
3	1.89	1.40
4	1.62	1.23
5	2.11	1.84
6	1.59	1.65
7	1.30	1.83
平均值 \bar{X}_3 (μg/L)	1.79	2.20
标准偏差 S_3 (μg/L)	0.276	0.314
t值	3.143	3.143
检出限 (μg/L)	0.867	0.987
测定下限 (μg/L)	3.47	3.95

注：3为实验室编号。

表1-2-13 固体废物浸出液和全量消解液铍检出限、测定下限测试数据表

验证单位：镇江市环境监测中心站

测试日期：2012年6-7月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号	浸出液测定值 (μg/L)	全消解测定值 (μg/L)
1	0.218	0.373
2	0.229	0.566
3	0.177	0.394
4	0.244	0.227
5	0.212	0.45
6	0.266	0.492
7	0.185	0.390
平均值 \bar{X}_4 (μg/L)	0.219	0.413
标准偏差 S_4 (μg/L)	0.029	0.099
t值	3.143	3.143
检出限 (μg/L)	0.091	0.310
测定下限 (μg/L)	0.365	1.240

注：4为实验室编号。

表1-2-14 固体废物浸出液和全量消解液镍检出限、测定下限测试数据表

验证单位：镇江市环境监测中心站

测试日期：2012年6-7月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号	浸出液测定值 (μg/L)	全消解测定值 (μg/L)
1	3.69	2.82
2	3.52	3.25
3	4.02	2.76
4	4.26	3.42
5	3.85	3.76
6	3.65	2.63
7	3.74	2.55
平均值 \bar{X}_4 (μg/L)	3.82	3.03
标准偏差 S_4 (μg/L)	0.232	0.421
t值	3.143	3.143
检出限 (μg/L)	0.729	1.32
测定下限 (μg/L)	2.92	5.29
注：4为实验室编号。		

表1-2-15 固体废物浸出液和全量消解液铜检出限、测定下限测试数据表

验证单位：镇江市环境监测中心站

测试日期：2012年6-7月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号	浸出液测定值 (μg/L)	全消解测定值 (μg/L)
1	3.66	3.59
2	3.23	3.68
3	3.45	2.88
4	3.98	3.38
5	3.47	3.25
6	3.02	3.48
7	3.44	2.60
平均值 \bar{X}_4 (μg/L)	3.46	3.27
标准偏差 S_4 (μg/L)	0.282	0.364
t值	3.143	3.143
检出限 (μg/L)	0.887	1.14
测定下限 (μg/L)	3.55	4.58

注：4为实验室编号。

表1-2-16 固体废物浸出液和全量消解液铅检出限、测定下限测试数据表

验证单位：镇江市环境监测中心
站

测试日期：2012年6-7月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号	浸出液测定值 (μg/L)	全消解测定值 (μg/L)
1	2.32	2.46
2	2.40	1.32
3	1.86	1.45
4	1.94	2.09
5	1.63	1.98
6	1.86	1.41
7	1.76	1.45
平均值 \bar{X}_4 (μg/L)	1.97	1.74
标准偏差 S_4 (μg/L)	0.265	0.406
t值	3.143	3.143
检出限 (μg/L)	0.833	1.28
测定下限 (μg/L)	3.33	5.10
注：4为实验室编号。		

表1-2-17 固体废物浸出液和全量消解液铍检出限、测定下限测试数据表

验证单位：江苏省理化测试中心

测试日期：2012年6-7月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号	浸出液测定值 (μg/L)	全消解测定值 (μg/L)
1	0.250	0.408
2	0.212	0.583
3	0.247	0.394
4	0.244	0.264
5	0.206	0.465
6	0.259	0.529
7	0.242	0.371
平均值 \bar{X}_5 (μg/L)	0.237	0.431
标准偏差 S_5 (μg/L)	0.019	0.098
t值	3.143	3.143
检出限 (μg/L)	0.058	0.308

测定下限 (μg/L)	0.233	1.232
注：5为实验室编号。		

表1-2-18 固体废物浸出液和全量消解液镍检出限、测定下限测试数据表

验证单位：江苏省理化测试中心

测试日期：2012年6-7月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号	浸出液测定值 (μg/L)	全消解测定值 (μg/L)
1	3.89	3.56
2	3.58	2.58
3	3.67	3.26
4	4.11	3.42
5	3.42	2.77
6	3.59	3.07
7	3.72	2.75
平均值 \bar{X}_5 (μg/L)	3.71	3.06
标准偏差 S_5 (μg/L)	0.210	0.344
t值	3.143	3.143
检出限 (μg/L)	0.661	1.08
测定下限 (μg/L)	2.64	4.33
注：5为实验室编号。		

表1-2-19 固体废物浸出液和全量消解液铜检出限、测定下限测试数据表

验证单位：江苏省理化测试中心

测试日期：2012年6-7月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号	浸出液测定值 (μg/L)	全消解测定值 (μg/L)
1	3.98	3.62
2	3.89	3.12
3	3.77	3.44
4	3.69	2.90
5	4.02	3.14
6	3.55	3.08
7	3.73	3.25
平均值 \bar{X}_5 (μg/L)	3.80	3.22
标准偏差 S_5 (μg/L)	0.155	0.223
t值	3.143	3.143
检出限 (μg/L)	0.489	0.700

测定下限 (μg/L)	1.95	2.80
注：5为实验室编号。		

表1-2-20 固体废物浸出液和全量消解液钼检出限、测定下限测试数据表

验证单位：江苏省理化测试中心

测试日期：2012年6-7月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号	浸出液测定值 (μg/L)	全消解测定值 (μg/L)
1	1.92	1.67
2	1.53	1.90
3	1.30	1.68
4	1.29	1.54
5	1.79	1.83
6	1.99	1.87
7	1.05	1.43
平均值 \bar{X}_5 (μg/L)	1.55	1.70
标准偏差 S_5 (μg/L)	0.331	0.163
t值	3.143	3.143
检出限 (μg/L)	1.04	0.512
测定下限 (μg/L)	4.17	2.05
注：5为实验室编号。		

表1-2-21 固体废物浸出液和全量消解液铍检出限、测定下限测试数据表

验证单位：南京市自来水总公司

测试日期：2012年6-7月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号	浸出液测定值 (μg/L)	全消解测定值 (μg/L)
1	0.274	0.381
2	0.249	0.579
3	0.276	0.424
4	0.251	0.266
5	0.237	0.455
6	0.241	0.525
7	0.179	0.441
平均值 \bar{X}_6 (μg/L)	0.244	0.419
标准偏差 S_6 (μg/L)	0.030	0.093
t值	3.143	3.143
检出限 (μg/L)	0.094	0.293

测定下限 (μg/L)	0.377	1.171
注：6为实验室编号。		

表1-2-22 固体废物浸出液和全量消解液镍检出限、测定下限测试数据表

验证单位：南京市自来水总公司

测试日期：2012年6-7月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号	浸出液测定值 (μg/L)	全消解测定值 (μg/L)
1	4.23	2.63
2	4.57	3.05
3	4.02	2.55
4	4.21	3.54
5	4.48	2.74
6	4.20	2.84
7	4.33	3.41
平均值 \bar{X}_6 (μg/L)	0.210	2.97
标准偏差 S_6 (μg/L)	3.143	0.356
t值	0.659	3.143
检出限 (μg/L)	2.63	1.12
测定下限 (μg/L)	4.23	4.47
注：6为实验室编号。		

表1-2-23 固体废物浸出液和全量消解液铜检出限、测定下限测试数据表

验证单位：南京市自来水总公司

测试日期：2012年6-7月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号	浸出液测定值 (μg/L)	全消解测定值 (μg/L)
1	4.53	3.41
2	4.44	2.92
3	4.32	3.54
4	4.36	3.03
5	4.45	3.08
6	4.49	3.10
7	4.20	3.70
平均值 \bar{X}_6 (μg/L)	4.40	3.25
标准偏差 S_6 (μg/L)	0.105	0.27
t值	3.143	3.143
检出限 (μg/L)	0.330	0.857

测定下限 (μg/L)	1.32	3.43
注: 6为实验室编号。		

表1-2-24 固体废物浸出液和全量消解液钼检出限、测定下限测试数据表

验证单位: 南京市自来水总公司

测试日期: 2012年6-7月

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行样编号	浸出液测定值 (μg/L)	全消解测定值 (μg/L)
1	1.67	1.25
2	1.56	1.88
3	1.71	1.56
4	1.74	1.54
5	1.13	1.50
6	1.53	1.72
7	1.28	1.40
平均值 \bar{X}_6 (μg/L)	1.52	1.55
标准偏差 S_6 (μg/L)	0.213	0.190
t值	3.143	3.143
检出限 (μg/L)	0.670	0.598
测定下限 (μg/L)	2.68	2.39
注: 6为实验室编号。		

1.3 方法精密度测试数据

表1-3-1 固体废物浸出液钼精密度测定结果

验证单位: 泰州市环境监测中心站

测试日期: 2012.7~8

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行样编号	平行样编号		备注
	固废样品3	固废样品4	
测定结果 (μg/L)	1	3.19	7.12
	2	3.51	6.31
	3	3.20	6.87
	4	3.21	6.45
	5	3.41	6.74
	6	3.11	7.01
平均值 \bar{X}_1 (μg/L)	3.27	6.75	
标准偏差 S_1 (μg/L)	0.140	0.290	
相对标准偏差 RSD_1 (%)	4.27	4.30	
注: 1 为实验室编号。			

表1-3-2 固体废物浸出液镍精密度测定结果

验证单位：泰州市环境监测中心站

测试日期：2012.7~8

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号		平行样编号		备注
		固废样品1	固废样品2	
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	10.3	20.0	
	2	9.05	19.5	
	3	10.1	22.0	
	4	9.55	18.6	
	5	9.71	21.3	
	6	10.3	19.2	
平均值 \bar{X}_i ($\mu\text{g/L}$)		9.82	20.1	
标准偏差 S_i ($\mu\text{g/L}$)		0.442	1.19	
相对标准偏差 RSD_i (%)		4.50	5.91	
注：1 为实验室编号。				

表1-3-3 固体废物浸出液铜精密度测定结果

验证单位：泰州市环境监测中心站

测试日期：2012.7~8

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号		平行样编号		备注
		固废样品1	固废样品2	
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	21.0	110	
	2	18.1	91.5	
	3	21.5	96.3	
	4	19.7	110	
	5	19.0	106	
	6	18.3	115	
平均值 \bar{X}_i ($\mu\text{g/L}$)		19.6	105	
标准偏差 S_i ($\mu\text{g/L}$)		1.29	8.2	
相对标准偏差 RSD_i (%)		6.60	7.85	
注：1 为实验室编号。				

表1-3-4 固体废物浸出液钨精密度测定结果

验证单位：泰州市环境监测中心站

测试日期：2012.7~8

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号	平行样编号	备注
-------	-------	----

		固废样品3	固废样品4	
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	10.2	68.3	
	2	11.6	69.6	
	3	9.68	60.2	
	4	9.89	69.4	
	5	9.71	67.4	
	6	9.62	68.9	
平均值 \overline{X}_1 ($\mu\text{g/L}$)		10.1	67.3	
标准偏差 S_1 ($\mu\text{g/L}$)		0.691	3.26	
相对标准偏差 RSD_1 (%)		6.83	4.84	
注：1 为实验室编号。				

表1-3-5 固体废物全量消解铍精密度测定结果

验证单位：泰州市环境监测中心站

测试日期：2012.7~8

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号		试样		备注
		固废样品5	固废样品6	
测定结果 (mg/kg)	1	0.136	0.236	
	2	0.135	0.232	
	3	0.131	0.250	
	4	0.116	0.233	
	5	0.129	0.268	
	6	0.124	0.223	
平均值 \overline{X}_1 (mg/kg)		0.128	0.240	
标准偏差 S_1 (mg/kg)		0.0069	0.0149	
相对标准偏差 RSD_1 (%)		5.36	6.19	
注：1 为实验室编号。				

表1-3-6 固体废物全量消解镍精密度测定结果

验证单位：泰州市环境监测中心站

测试日期：2012.7~8

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号		试样		备注
		固废样品5	固废样品6	
测定结果 (mg/kg)	1	18.4	8.50	
	2	18.5	7.36	
	3	16.7	8.24	
	4	21.6	7.61	
	5	16.1	7.41	
	6	16.6	9.54	
平均值 \overline{X}_1 (mg/kg)		18.0	8.11	

标准偏差 S_1 (mg/kg)	1.86	0.77	
相对标准偏差 RSD_1 (%)	10.4	9.45	
注：1 为实验室编号。			

表1-3-7 固体废物全量消解铜精密度测定结果

验证单位：泰州市环境监测中心站

测试日期：2012.7~8

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号		试 样		备注
		固废样品5	固废样品6	
测定结果 (mg/kg)	1	35.9	80.9	
	2	39.5	85.4	
	3	34.8	88.3	
	4	38.2	80.7	
	5	32.4	83.6	
	6	35.0	72.0	
平均值 \bar{X}_1 (mg/kg)		35.9	81.8	
标准偏差 S_1 (mg/kg)		2.32	5.12	
相对标准偏差 RSD_1 (%)		6.47	6.25	
注：1 为实验室编号。				

表1-3-8 固体废物全量消解钼精密度测定结果

验证单位：泰州市环境监测中心站

测试日期：2012.7~8

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号		试 样		备注
		固废样品5	固废样品6	
测定结果 (mg/kg)	1	7.58	1.32	
	2	7.42	1.57	
	3	7.23	1.16	
	4	6.58	1.50	
	5	7.68	1.26	
	6	7.63	1.16	
平均值 \bar{X}_1 (mg/kg)		7.36	1.33	
标准偏差 S_1 (mg/kg)		0.377	0.156	
相对标准偏差 RSD_1 (%)		5.12	11.8	
注：1 为实验室编号。				

表1-3-9 固体废物浸出液钡精密度测定结果

验证单位：常州市环境监测中心

测试日期：2012年4-5月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号		平行样编号		备注
		固废样品3	固废样品4	
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	2.54	7.83	
	2	2.65	7.83	
	3	2.85	7.51	
	4	2.50	7.12	
	5	2.44	7.23	
	6	2.50	7.02	
平均值 \bar{X}_2 ($\mu\text{g/L}$)		2.58	7.42	
标准偏差 S_2 ($\mu\text{g/L}$)		0.136	0.323	
相对标准偏差 RSD_2 (%)		5.26	4.35	
注：2 为实验室编号。				

表1-3-10 固体废物浸出液镍精密度测定结果

验证单位：常州市环境监测中心

测试日期：2012年4-5月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号		平行样编号		备注
		固废样品1	固废样品2	
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	11.8	20.8	
	2	11.7	23.4	
	3	9.2	19.6	
	4	12.1	20.3	
	5	11.6	19.7	
	6	12.6	18.5	
平均值 \bar{X}_2 ($\mu\text{g/L}$)		11.5	20.4	
标准偏差 S_2 ($\mu\text{g/L}$)		1.08	1.53	
相对标准偏差 RSD_2 (%)		9.38	7.49	
注：2 为实验室编号。				

表1-3-11 固体废物浸出液铜精密度测定结果

验证单位：常州市环境监测中心

测试日期：2012年4-5月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号		平行样编号		备注
		固废样品1	固废样品2	
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	17.1	112	
	2	14.0	89.0	
	3	18.7	80.2	
	4	15.2	89.2	
	5	16.8	93.5	
	6	17.2	103	
平均值 \bar{X}_2 ($\mu\text{g/L}$)		16.5	94.5	

标准偏差 S_2 ($\mu\text{g/L}$)	1.49	10.4	
相对标准偏差 RSD_2 (%)	9.02	11.0	
注：2 为实验室编号。			

表1-3-12 固体废物浸出液铅精密度测定结果

验证单位：常州市环境监测中心

测试日期：2012年4-5月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号		平行样编号		备注
		固废样品3	固废样品4	
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	12.6	78.2	
	2	12.3	75.3	
	3	13.4	74.8	
	4	12.4	68.1	
	5	12.1	70.3	
	6	10.9	71.8	
平均值 \bar{X}_2 ($\mu\text{g/L}$)		12.3	73.1	
标准偏差 S_2 ($\mu\text{g/L}$)		0.755	3.38	
相对标准偏差 RSD_2 (%)		6.15	4.62	
注：2 为实验室编号。				

表1-3-13 固体废物全量消解铍精密度测定结果

验证单位：常州市环境监测中心

测试日期：2012年4-5月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号		试 样		备注
		固废样品5	固废样品6	
测定结果 (mg/kg)	1	0.136	0.222	
	2	0.130	0.207	
	3	0.129	0.170	
	4	0.109	0.235	
	5	0.143	0.225	
	6	0.118	0.223	
平均值 \bar{X}_2 (mg/kg)		0.127	0.214	
标准偏差 S_2 (mg/kg)		0.0113	0.0212	
相对标准偏差 RSD_2 (%)		8.87	9.94	
注：2 为实验室编号。				

表1-3-14 固体废物全量消解镍精密度测定结果

验证单位：常州市环境监测中心

测试日期：2012年4-5月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号		试 样		备注
		固废样品5	固废样品6	
测定结果 (mg/kg)	1	15.8	7.04	
	2	15.6	6.76	
	3	18.9	6.94	
	4	16.1	6.59	
	5	15.7	7.63	
	6	13.5	6.81	
平均值 \bar{X}_2 (mg/kg)		15.9	6.96	
标准偏差 S_2 (mg/kg)		1.55	0.33	
相对标准偏差 RSD_2 (%)		9.75	4.74	
注：2 为实验室编号。				

表 1-3-15 固体废物全量消解铜精密度测定结果

验证单位：常州市环境监测中心

测试日期：2012年4-5月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号		试 样		备注
		固废样品5	固废样品6	
测定结果 (mg/kg)	1	31.8	76.7	
	2	27.0	73.6	
	3	31.1	83.9	
	4	30.8	78.9	
	5	32.7	84.5	
	6	30.5	78.2	
平均值 \bar{X}_2 (mg/kg)		30.7	79.3	
标准偏差 S_2 (mg/kg)		1.78	3.84	
相对标准偏差 RSD_2 (%)		5.82	4.84	
注：2 为实验室编号。				

表1-3-16 固体废物全量消解钨精密度测定结果

验证单位：常州市环境监测中心

测试日期：2012年4-5月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号		试 样		备注
		固废样品5	固废样品6	
测定结果 (mg/kg)	1	5.19	1.03	
	2	5.36	1.20	
	3	4.75	1.44	
	4	5.58	1.25	
	5	5.13	1.16	

	6	4.88	1.26	
平均值 \bar{X}_2 (mg/kg)		5.15	1.22	
标准偏差 S_2 (mg/kg)		0.276	0.122	
相对标准偏差 RSD_2 (%)		5.37	10.0	
注：2 为实验室编号。				

表1-3-17 固体废物浸出液铍精密度测定结果

验证单位：苏州市环境监测中心站

测试日期：2012年6-7月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号		平行样编号		备注
		固废样品3	固废样品4	
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	2.85	5.83	
	2	2.99	6.29	
	3	2.71	6.05	
	4	2.82	5.86	
	5	2.70	6.37	
	6	2.61	6.34	
平均值 \bar{X}_3 ($\mu\text{g/L}$)		2.78	6.12	
标准偏差 S_3 ($\mu\text{g/L}$)		0.121	0.222	
相对标准偏差 RSD_3 (%)		4.35	3.62	
注：3为实验室编号。				

表1-3-18 固体废物浸出液镍精密度测定结果

验证单位：苏州市环境监测中心站

测试日期：2012年6-7月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号		平行样编号		备注
		固废样品1	固废样品2	
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	11.3	15.2	
	2	13.2	16.5	
	3	11.8	19.8	
	4	11.4	20.0	
	5	10.6	20.3	
	6	9.94	19.7	
平均值 \bar{X}_3 ($\mu\text{g/L}$)		11.4	18.6	
标准偏差 S_3 ($\mu\text{g/L}$)		1.02	1.98	
相对标准偏差 RSD_3 (%)		8.96	10.6	
注：3为实验室编号。				

表1-3-19 固体废物浸出液铜精密度测定结果

验证单位：苏州市环境监测中心站

测试日期：2012年6-7月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号		平行样编号		备注
		固废样品1	固废样品2	
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	19.5	80.3	
	2	18.6	91.2	
	3	15.6	78.5	
	4	17.6	86.1	
	5	18.6	96.1	
	6	15.1	84.2	
平均值 \bar{X}_3 ($\mu\text{g/L}$)		17.5	86.1	
标准偏差 S_3 ($\mu\text{g/L}$)		1.61	6.07	
相对标准偏差 RSD_3 (%)		9.23	7.05	
注：3为实验室编号。				

表1-3-20 固体废物浸出液钨精密度测定结果

验证单位：苏州市环境监测中心站

测试日期：2012年6-7月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号		平行样编号		备注
		固废样品3	固废样品4	
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	12.0	69.5	
	2	13.6	68.9	
	3	10.5	70.2	
	4	10.2	72.5	
	5	11.3	81.1	
	6	13.7	80.5	
平均值 \bar{X}_3 ($\mu\text{g/L}$)		11.9	73.8	
标准偏差 S_3 ($\mu\text{g/L}$)		1.36	5.08	
相对标准偏差 RSD_3 (%)		11.4	6.88	
注：3为实验室编号。				

表1-3-21 固体废物全量消解铍精密度测定结果

验证单位：苏州市环境监测中心站

测试日期：2012年6-7月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号		试 样		备注
		固废样品5	固废样品6	
测定结果 (mg/kg)	1	0.129	0.223	
	2	0.126	0.201	
	3	0.109	0.189	
	4	0.105	0.206	
	5	0.114	0.237	
	6	0.129	0.201	

平均值 \bar{X}_3 (mg/kg)	0.119	0.209	
标准偏差 S_3 (mg/kg)	0.010	0.0160	
相对标准偏差 RSD_3 (%)	8.01	7.66	
注：3 为实验室编号。			

表1-3-22 固体废物全量消解镍精密度测定结果

验证单位：苏州市环境监测中心站

测试日期：2012年6-7月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号		试样		备注
		固废样品5	固废样品6	
测定结果 (mg/kg)	1	15.4	7.39	
	2	17.4	7.31	
	3	18.9	7.06	
	4	17.1	6.59	
	5	14.8	7.15	
	6	17.4	7.62	
平均值 \bar{X}_3 (mg/kg)		16.8	7.19	
标准偏差 S_3 (mg/kg)		1.38	0.32	
相对标准偏差 RSD_3 (%)		8.19	4.46	
注：3 为实验室编号。				

表1-3-23 固体废物全量消解铜精密度测定结果

验证单位：苏州市环境监测中心站

测试日期：2012年6-7月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号		试样		备注
		固废样品5	固废样品6	
测定结果 (μ g/kg)	1	33.8	90.2	
	2	27.3	85.5	
	3	28.9	93.4	
	4	28.4	98.0	
	5	29.8	84.8	
	6	29.3	94.1	
平均值 \bar{X}_3 (mg/kg)		29.6	91.0	
标准偏差 S_3 (mg/kg)		2.07	4.70	
相对标准偏差 RSD_3 (%)		6.98	5.17	
注：3 为实验室编号。				

表1-3-24 固体废物全量消解钨精密度测定结果

验证单位：苏州市环境监测中心站

测试日期：2012年6-7月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号		试样		备注
		固废样品5	固废样品6	
测定结果 (mg/kg)	1	6.58	1.34	
	2	6.30	1.10	
	3	7.27	1.54	
	4	6.82	1.30	
	5	6.93	1.26	
	6	6.42	1.04	
平均值 \bar{X}_3 (mg/kg)		6.72	1.26	
标准偏差 S_3 (mg/kg)		0.327	0.165	
相对标准偏差 RSD_3 (%)		4.86	13.0	
注：3 为实验室编号。				

表1-3-25 固体废物浸出液铍精密度测定结果

验证单位：镇江市环境监测中心站

测试日期：2012年6-7月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号		平行样编号		备注
		固废样品3	固废样品4	
测定结果 (μ g/L)	1	2.41	6.14	
	2	2.74	5.94	
	3	2.47	5.94	
	4	2.42	5.46	
	5	2.85	5.96	
	6	2.42	6.05	
平均值 \bar{X}_4 (μ g/L)		2.55	5.92	
标准偏差 S_4 (μ g/L)		0.177	0.217	
相对标准偏差 RSD_4 (%)		6.95	3.68	
注：4 为实验室编号。				

表1-3-26 固体废物浸出液镍精密度测定结果

验证单位：镇江市环境监测中心站

测试日期：2012年6-7月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号		平行样编号		备注
		固废样品1	固废样品2	
测定结果 (μ g/L)	1	10.7	22.4	
	2	11.3	22.0	
	3	11.7	22.4	
	4	12.3	21.0	
	5	10.3	21.4	

	6	11.6	21.8	
平均值 \bar{X}_4 ($\mu\text{g/L}$)		11.3	21.8	
标准偏差 S_4 ($\mu\text{g/L}$)		0.67	0.49	
相对标准偏差 RSD_4 (%)		5.90	2.23	
注：4 为实验室编号。				

表1-3-27 固体废物浸出液铜精密度测定结果

验证单位：镇江市环境监测中心站

测试日期：2012年6-7月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号		平行样编号		备注
		固废样品1	固废样品2	
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	16.2	80.3	
	2	17.1	90.3	
	3	21.0	91.6	
	4	20.7	96.5	
	5	20.9	85.6	
	6	22.3	89.4	
平均值 \bar{X}_4 ($\mu\text{g/L}$)		19.7	88.9	
标准偏差 S_4 ($\mu\text{g/L}$)		2.23	5.03	
相对标准偏差 RSD_4 (%)		11.3	5.65	
注：4 为实验室编号。				

表1-3-28 固体废物浸出液钼精密度测定结果

验证单位：镇江市环境监测中心站

测试日期：2012年6-7月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号		平行样编号		备注
		固废样品3	固废样品4	
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	10.0	68.5	
	2	11.2	65.1	
	3	10.7	72.1	
	4	10.0	66.5	
	5	11.8	75.8	
	6	11.0	74.5	
平均值 \bar{X}_4 ($\mu\text{g/L}$)		10.8	70.4	
标准偏差 S_4 ($\mu\text{g/L}$)		0.644	3.99	
相对标准偏差 RSD_4 (%)		5.97	5.67	
注：4 为实验室编号。				

表1-3-29 固体废物全量消解铍精密度测定结果

验证单位：镇江市环境监测中心站

测试日期：2012年6-7月

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行样编号		试样		备注
		固废样品5	固废样品6	
测定结果 (mg/kg)	1	0.118	0.216	
	2	0.142	0.223	
	3	0.114	0.202	
	4	0.119	0.180	
	5	0.121	0.180	
	6	0.130	0.188	
平均值 \bar{X}_4 (mg/kg)		0.124	0.198	
标准偏差 S_4 (mg/kg)		0.009	0.017	
相对标准偏差 RSD_4 (%)		7.59	8.53	
注: 4 为实验室编号。				

表1-3-30 固体废物全量消解镍精密度测定结果

验证单位: 镇江市环境监测中心站

测试日期: 2012年6-7月

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行样编号		试样		备注
		固废样品5	固废样品6	
测定结果 (mg/kg)	1	19.7	8.26	
	2	18.9	7.61	
	3	15.2	6.84	
	4	14.4	7.26	
	5	16.4	7.89	
	6	17.0	8.37	
平均值 \bar{X}_4 (mg/kg)		16.9	7.70	
标准偏差 S_4 (mg/kg)		1.87	0.54	
相对标准偏差 RSD_4 (%)		11.0	6.99	
注: 4 为实验室编号。				

表1-3-31 固体废物全量消解铜精密度测定结果

验证单位: 镇江市环境监测中心站

测试日期: 2012年6-7月

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行样编号		试样		备注
		固废样品5	固废样品6	
测定结果 (mg/kg)	1	33.2	87.8	
	2	30.6	94.2	
	3	32.3	86.5	
	4	28.6	83.7	

	5	28.8	80.1	
	6	29.0	95.1	
平均值 \bar{X}_4 (mg/kg)		30.4	87.9	
标准偏差 S_4 (mg/kg)		1.79	5.37	
相对标准偏差 RSD_4 (%)		5.88	6.10	
注：4 为实验室编号。				

表1-3-32 固体废物全量消解钨精密度测定结果

验证单位：镇江市环境监测中心站

测试日期：2012年6-7月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号		试样		备注
		固废样品5	固废样品6	
测定结果 (mg/kg)	1	5.59	1.51	
	2	5.94	1.58	
	3	5.02	1.26	
	4	5.83	1.37	
	5	6.09	1.11	
	6	5.61	1.18	
平均值 \bar{X}_4 (mg/kg)		5.68	1.33	
标准偏差 S_4 (mg/kg)		0.34	0.17	
相对标准偏差 RSD_4 (%)		6.06	12.6	
注：4 为实验室编号。				

表1-3-33 固体废物浸出液钨精密度测定结果

验证单位：江苏省理化测试中心

测试日期：2012年6-7月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号		平行样编号		备注
		固废样品3	固废样品4	
测定结果 (μ g/L)	1	2.54	6.36	
	2	2.27	6.89	
	3	2.25	6.59	
	4	2.91	7.04	
	5	2.33	6.80	
	6	2.70	6.73	
平均值 \bar{X}_5 (μ g/L)		2.50	6.73	
标准偏差 S_5 (μ g/L)		0.197	0.217	
相对标准偏差 RSD_5 (%)		9.67	3.23	
注：5为实验室编号。				

表1-3-34 固体废物浸出液镍精密度测定结果

验证单位:江苏省理化测试中心

测试日期:2012年6-7月

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行样编号		平行样编号		备注
		固废样品1	固废样品2	
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	9.06	25.4	
	2	9.66	19.6	
	3	8.99	24.2	
	4	9.55	22.0	
	5	9.05	22.2	
	6	11.2	21.7	
平均值 \bar{X}_5 ($\mu\text{g/L}$)		9.59	22.5	
标准偏差 S_5 ($\mu\text{g/L}$)		0.767	1.85	
相对标准偏差 RSD_5 (%)		8.00	8.22	
注:5为实验室编号。				

表1-3-35 固体废物浸出液铜精密度测定结果

验证单位:江苏省理化测试中心

测试日期:2012年6-7月

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行样编号		平行样编号		备注
		固废样品1	固废样品2	
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	22.6	98.2	
	2	23.1	113	
	3	20.1	102	
	4	24.3	95.5	
	5	23.5	91.3	
	6	18.5	89.5	
平均值 \bar{X}_5 ($\mu\text{g/L}$)		22.0	98.2	
标准偏差 S_5 ($\mu\text{g/L}$)		2.04	7.77	
相对标准偏差 RSD_5 (%)		9.27	7.91	
注:5为实验室编号。				

表1-3-36 固体废物浸出液钼精密度测定结果

验证单位:江苏省理化测试中心

测试日期:2012年6-7月

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行样编号		平行样编号		备注
		固废样品3	固废样品4	
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	10.0	65.3	
	2	11.2	68.5	
	3	12.0	70.2	
	4	10.9	68.7	

	5	10.5	71.7	
	6	9.89	75.3	
平均值 \bar{X}_5 ($\mu\text{g/L}$)		10.7	70.0	
标准偏差 S_5 ($\mu\text{g/L}$)		0.731	3.08	
相对标准偏差 RSD_5 (%)		6.80	4.41	
注：5为实验室编号。				

表1-3-37 固体废物全量消解铍精密度测定结果

验证单位：江苏省理化测试中心

测试日期：2012年6-7月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号		试样		备注
		固废样品5	固废样品6	
测定结果 (mg/kg)	1	0.112	0.246	
	2	0.113	0.241	
	3	0.087	0.220	
	4	0.117	0.207	
	5	0.103	0.226	
	6	0.123	0.211	
平均值 \bar{X}_5 (mg/kg)		0.109	0.225	
标准偏差 S_5 (mg/kg)		0.012	0.014	
相对标准偏差 RSD_5 (%)		10.6	6.31	
注：5为实验室编号。				

表1-3-38 固体废物全量消解镍精密度测定结果

验证单位：江苏省理化测试中心

测试日期：2012年6-7月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号		试样		备注
		固废样品5	固废样品6	
测定结果 (mg/kg)	1	20.6	8.09	
	2	19.0	7.44	
	3	19.3	7.09	
	4	24.9	7.87	
	5	18.7	6.69	
	6	18.5	7.71	
平均值 \bar{X}_5 (mg/kg)		20.2	7.48	
标准偏差 S_5 (mg/kg)		2.21	0.47	
相对标准偏差 RSD_5 (%)		11.0	6.34	
注：5为实验室编号。				

表1-3-39 固体废物全量消解铜精密度测定结果

验证单位:江苏省理化测试中心

测试日期:2012年6-7月

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行样编号		试样		备注
		固废样品5	固废样品6	
测定结果 (mg/kg)	1	43.1	84.7	
	2	42.5	86.7	
	3	33.2	77.0	
	4	38.0	87.5	
	5	39.4	90.0	
	6	41.0	88.4	
平均值 \bar{X}_5 (mg/kg)		39.5	85.7	
标准偏差 S_5 (mg/kg)		3.31	4.22	
相对标准偏差 RSD_5 (%)		8.38	4.92	
注: 5为实验室编号。				

表1-3-40 固体废物全量消解铅精密度测定结果

验证单位:江苏省理化测试中心

测试日期:2012年6-7月

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行样编号		试样		备注
		固废样品5	固废样品6	
测定结果 (mg/kg)	1	6.70	1.78	
	2	6.93	1.58	
	3	7.65	1.49	
	4	6.63	1.61	
	5	6.20	1.22	
	6	6.82	1.72	
平均值 \bar{X}_5 (mg/kg)		6.82	1.57	
标准偏差 S_5 (mg/kg)		0.435	0.180	
相对标准偏差 RSD_5 (%)		6.38	11.5	
注: 5为实验室编号。				

表1-3-41 固体废物浸出液铍精密度测定结果

验证单位:南京市自来水总公司

测试日期:2012年6-7月

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行样编号		平行样编号		备注
		固废样品3	固废样品4	
测定结果 (μ g/L)	1	2.70	7.22	
	2	2.99	7.42	

	3	2.74	6.85	
	4	3.00	6.77	
	5	2.72	7.26	
	6	2.88	6.51	
平均值 \bar{X}_6 ($\mu\text{g/L}$)		2.84	7.00	
标准偏差 S_6 ($\mu\text{g/L}$)		0.123	0.317	
相对标准偏差 RSD_6 (%)		4.34	4.53	
注：6 为实验室编号。				

表1-3-42 固体废物浸出液镍精密度测定结果

验证单位：南京市自来水总公司

测试日期：2012年6-7月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号		平行样编号		备注
		固废样品1	固废样品2	
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	11.8	16.2	
	2	12.0	20.5	
	3	10.9	17.7	
	4	10.4	19.3	
	5	9.21	18.4	
	6	9.33	18.0	
平均值 \bar{X}_6 ($\mu\text{g/L}$)		10.6	18.4	
标准偏差 S_6 ($\mu\text{g/L}$)		1.08	1.33	
相对标准偏差 RSD_6 (%)		10.2	7.24	
注：6 为实验室编号。				

表1-3-43 固体废物浸出液铜精密度测定结果

验证单位：南京市自来水总公司

测试日期：2012年6-7月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号		平行样编号		备注
		固废样品1	固废样品2	
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	18.4	80.2	
	2	17.2	111	
	3	18.6	94.3	
	4	15.2	90.6	
	5	17.7	92.6	
	6	20.5	94.9	
平均值 \bar{X}_6 ($\mu\text{g/L}$)		17.9	93.9	
标准偏差 S_6 ($\mu\text{g/L}$)		1.59	9.07	
相对标准偏差 RSD_6 (%)		8.89	9.66	
注：6 为实验室编号。				

表1-3-44 固体废物浸出液铅精密度测定结果

验证单位：南京市自来水总公司

测试日期：2012年6-7月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号		平行样编号		备注
		固废样品3	固废样品4	
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	12.3	72.6	
	2	12.0	67.2	
	3	10.2	70.7	
	4	10.0	76.3	
	5	11.6	72.6	
	6	9.84	75.3	
平均值 \bar{X}_6 ($\mu\text{g/L}$)		11.0	72.4	
标准偏差 S_6 ($\mu\text{g/L}$)		1.01	2.99	
相对标准偏差 RSD_6 (%)		9.15	4.13	
注：6 为实验室编号。				

表1-3-45 固体废物全量消解铍精密度测定结果

验证单位：南京市自来水总公司

测试日期：2012年6-7月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号		试 样		备注
		固废样品5	固废样品6	
测定结果 (mg/kg)	1	0.113	0.238	
	2	0.127	0.190	
	3	0.114	0.220	
	4	0.124	0.206	
	5	0.121	0.221	
	6	0.115	0.226	
平均值 \bar{X}_6 (mg/kg)		0.119	0.217	
标准偏差 S_6 (mg/kg)		0.005	0.02	
相对标准偏差 RSD_6 (%)		4.38	7.03	
注：6 为实验室编号。				

表1-3-46 固体废物全量消解镍精密度测定结果

验证单位：南京市自来水总公司

测试日期：2012年6-7月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号		试 样		备注
		固废样品5	固废样品6	
测定结果 (mg/kg)	1	16.1	7.61	
	2	18.9	7.48	

	3	20.1	6.53	
	4	18.3	6.75	
	5	15.9	7.70	
	6	17.9	7.59	
平均值 \bar{X}_6 (mg/kg)		17.9	7.28	
标准偏差 S_6 (mg/kg)		1.48	0.46	
相对标准偏差 RSD_6 (%)		8.32	6.30	
注：6 为实验室编号。				

表1-3-47 固体废物全量消解铜精密度测定结果

验证单位：南京市自来水总公司

测试日期：2012年6-7月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号		试 样		备注
		固废样品5	固废样品6	
测定结果 (mg/kg)	1	37.9	93.5	
	2	40.6	84.3	
	3	35.6	91.2	
	4	37.4	95.4	
	5	37.3	102	
	6	35.5	88.6	
平均值 \bar{X}_6 (mg/kg)		37.4	92.5	
标准偏差 S_6 (mg/kg)		1.69	5.44	
相对标准偏差 RSD_6 (%)		4.53	5.88	
注：6 为实验室编号。				

表1-3-48 固体废物全量消解铅精密度测定结果

验证单位：南京市自来水总公司

测试日期：2012年6-7月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行样编号		试 样		备注
		固废样品5	固废样品6	
测定结果 (mg/kg)	1	5.94	1.23	
	2	5.54	1.44	
	3	5.02	1.09	
	4	5.69	1.54	
	5	6.44	1.13	
	6	5.72	1.24	
平均值 \bar{X}_6 (mg/kg)		5.73	1.28	
标准偏差 S_6 (mg/kg)		0.426	0.16	
相对标准偏差 RSD_6 (%)		7.45	12.7	

注：6 为实验室编号。

1.4 方法准确度测试数据

表1-4-1 固体废物浸出液实际样品铍加标测试数据

验证单位：泰州市环境监测中心
站

测试日期：2012.7~8

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行号		实际样品						备注
		固废样品3加标1		固废样品3加标2				
		样品	加标样品	样品	加标样品			
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	3.19	5.23	3.19	8.40			
	2	3.51	5.62	3.51	8.60			
	3	3.20	5.48	3.20	8.99			
	4	3.21	5.99	3.21	8.52			
	5	3.41	5.01	3.41	8.11			
	6	3.11	5.25	3.11	8.88			
平均值 \bar{X}_1 、 \bar{Y}_1 ($\mu\text{g/L}$)		3.27	5.43	3.27	8.58			
加标量 μ ($\mu\text{g/L}$)		2.00		6.00				
加标回收率 P_1 (%)		108		88.5				
注1： \bar{X}_i 为实际样品测试均值， \bar{Y}_i 为加标样品测试均值。								
注2：1为实验室编号。								

表1-4-2 固体废物浸出液实际样品镍加标测试数据

验证单位：泰州市环境监测中心站

测试日期：2012.7~8

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行号		实际样品						备注
		固废样品1加标1		固废样品1加标2				
		样品	加标样品	样品	加标样品			
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	10.3	17.6	10.3	28.8			
	2	9.05	16.2	9.05	25.6			
	3	10.1	19.2	10.1	27.7			
	4	9.55	20.5	9.55	30.2			
	5	9.71	18.7	9.71	25.9			
	6	10.3	22.1	10.3	28.5			
平均值 \bar{X}_1 、 \bar{Y}_1 ($\mu\text{g/L}$)		9.82	19.1	9.82	27.8			
加标量 μ ($\mu\text{g/L}$)		10.0		20.0				
加标回收率 P_1 (%)		92.3		89.8				

注1: \bar{X}_1 为实际样品测试均值, \bar{Y}_1 为加标样品测试均值。
 注2: 1为实验室编号。

表1-4-3 固体废物浸出液实际样品铜加标测试数据

验证单位: 泰州市环境监测中心
 站

测试日期: 2012.7~8

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行号		实际样品						备注
		固废样品1加标1		固废样品1加标2				
		样品	加标样品	样品	加标样品			
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	21.0	25.6	21.0	40.5			
	2	18.1	32.0	18.1	44.9			
	3	21.5	29.0	21.5	39.5			
	4	19.7	28.3	19.7	38.4			
	5	19.0	24.6	19.0	44.7			
	6	18.3	29.6	18.3	45.9			
平均值 \bar{X}_1 、 \bar{Y}_1 ($\mu\text{g/L}$)		19.6	28.2	19.6	42.3			
加标量 μ ($\mu\text{g/L}$)		10.0		20.0				
加标回收率 P_1 (%)		85.8		114				

注1: \bar{X}_1 为实际样品测试均值, \bar{Y}_1 为加标样品测试均值。
 注2: 1为实验室编号。

表1-4-4 固体废物浸出液实际样品钼加标测试数据

验证单位: 泰州市环境监测中心
 站

测试日期: 2012.7~8

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行号		实际样品						备注
		固废样品3加标1		固废样品3加标2				
		样品	加标样品	样品	加标样品			
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	10.2	20.2	10.2	31.1			
	2	11.6	18.9	11.6	28.6			
	3	9.68	22.3	9.68	33.6			
	4	9.89	18.7	9.89	31.2			
	5	9.71	18.6	9.71	32.6			
	6	9.62	22.5	9.62	30.8			
平均值 \bar{X}_1 、 \bar{Y}_1 ($\mu\text{g/L}$)		10.1	20.2	10.1	31.3			

加标量 μ ($\mu\text{g/L}$)	10.0	20.0			
加标回收率 P_1 (%)	101	106			
注1: \bar{X}_1 为实际样品测试均值, \bar{Y}_1 为加标样品测试均值。 注2: 1为实验室编号。					

表1-4-5 固体废物全量消解实际样品铍加标测试数据

验证单位: 泰州市环境监测中心
站

测试日期: 2012.7~8

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行号		实际样品						备注
		固废样品6加标1		固废样品6加标2				
		样品	加标样品	样品	加标样品			
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	1.41	2.89	1.41	6.24			
	2	1.39	3.54	1.39	5.66			
	3	1.50	3.26	1.50	6.02			
	4	1.40	3.20	1.40	6.12			
	5	1.61	3.11	1.61	5.47			
	6	1.34	3.40	1.34	5.52			
平均值 \bar{X}_1 、 \bar{Y}_1 ($\mu\text{g/L}$)		1.44	3.23	1.44	5.84			
加标量 μ (μg)		0.10		0.20				
加标回收率 P_1 (%)		89.6		110				
注1: \bar{X}_1 为实际样品测试均值, \bar{Y}_1 为加标样品测试均值。 注2: 1为实验室编号。								

表1-4-6 固体废物全量消解实际样品镍加标测试数据

验证单位: 泰州市环境监测中心站

测试日期: 2012.7~8

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行号		实际样品						备注
		固废样品5加标1		固废样品5加标2				
		样品	加标样品	样品	加标样品			
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	110	167	110	257			
	2	111	169	111	240			
	3	100	157	100	234			
	4	130	181	130	281			
	5	96.7	162	96.7	252			
	6	99.4	154	99.4	245			
平均值 \bar{X}_1 、 \bar{Y}_1 ($\mu\text{g/L}$)		108	165	108	252			

加标量 μ (μg)	2.50	7.50			
加标回收率 P_1 (%)	114	95.8			
注1: \bar{X}_1 为实际样品测试均值, \bar{Y}_1 为加标样品测试均值。 注2: 1为实验室编号。					

表1-4-7 固体废物全量消解实际样品铜加标测试数据

验证单位: 泰州市环境监测中心站

测试日期: 2012.7~8

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行号		实际样品						备注
		固废样品5加标1		固废样品5加标2				
		样品	加标样品	样品	加标样品			
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	215	277	215	364			
	2	237	264	237	354			
	3	209	254	209	305			
	4	229	256	229	374			
	5	194	268	194	338			
	6	210	240	210	358			
平均值 \bar{X}_1 、 \bar{Y}_1 ($\mu\text{g/L}$)		216	260	216	349			
加标量 μ (μg)		2.50		7.50				
加标回收率 P_1 (%)		87.9		88.8				
注1: \bar{X}_1 为实际样品测试均值, \bar{Y}_1 为加标样品测试均值。 注2: 1为实验室编号。								

表1-4-8 固体废物全量消解实际样品钼加标测试数据

验证单位: 泰州市环境监测中心站

测试日期: 2012.7~8

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行号		实际样品						备注
		固废样品6加标1		固废样品6加标2				
		样品	加标样品	样品	加标样品			
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	7.94	20.7	7.94	33.3			
	2	9.41	17.2	9.41	30.1			
	3	6.95	22.3	6.95	28.6			
	4	8.97	18.5	8.97	27.4			
	5	7.56	21.0	7.56	30.5			
	6	6.98	19.2	6.98	26.5			
平均值 \bar{X}_1 、 \bar{Y}_1 ($\mu\text{g/L}$)		7.97	19.8	7.97	29.4			

加标量 μ (μg)	0.50	1.00			
加标回收率 P_1 (%)	119	107			
注1: \bar{X}_1 为实际样品测试均值, \bar{Y}_1 为加标样品测试均值。 注2: 1为实验室编号。					

表1-4-9 固体废物浸出液实际样品铍加标测试数据

验证单位: 常州市环境监测中心

测试日期: 2012年4-5月

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行号		实际样品						备注
		固废样品3加标1		固废样品3加标2				
		样品	加标样品	样品	加标样品			
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	2.54	5.21	2.54	9.47			
	2	2.65	5.00	2.65	8.97			
	3	2.85	4.75	2.85	9.20			
	4	2.50	5.02	2.50	9.16			
	5	2.44	4.65	2.44	9.26			
	6	2.50	4.92	2.50	10.1			
平均值 \bar{X}_2 、 \bar{Y}_2 ($\mu\text{g/L}$)		2.58	4.93	2.58	9.36			
加标量 μ ($\mu\text{g/L}$)		2.0		6.0				
加标回收率 P_2 (%)		117		113				
注1: \bar{X}_2 为实际样品测试均值, \bar{Y}_2 为加标样品测试均值。 注2: 2为实验室编号。								

表1-4-10 固体废物浸出液实际样品镍加标测试数据

验证单位: 常州市环境监测中心

测试日期: 2012年4-5月

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行号		实际样品						备注
		固废样品1加标1		固废样品1加标2				
		样品	加标样品	样品	加标样品			
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	11.8	19.7	11.8	26.5			
	2	11.7	19.9	11.7	24.6			
	3	9.20	19.9	9.20	28.9			
	4	12.1	22.9	12.1	27.7			
	5	11.6	19.9	11.6	32.0			
	6	12.6	19.6	12.6	33.4			
平均值 \bar{X}_2 、 \bar{Y}_2 ($\mu\text{g/L}$)		11.5	20.3	11.5	28.9			

加标量 μ ($\mu\text{g/L}$)	10.0	20.0			
加标回收率 P_2 (%)	87.9	86.7			
注1: \bar{X}_2 为实际样品测试均值, \bar{Y}_2 为加标样品测试均值。 注2: 2为实验室编号。					

表1-4-11 固体废物浸出液实际样品铜加标测试数据

验证单位: 常州市环境监测中心

测试日期: 2012年4-5月

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行号		实际样品						备注
		固废样品1加标1		固废样品1加标2				
		样品	加标样品	样品	加标样品			
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	17.1	24.5	17.1	36.5			
	2	14.0	26.3	14.0	35.4			
	3	18.7	27.5	18.7	39.6			
	4	15.2	29.6	15.2	38.5			
	5	16.8	26.3	16.8	32.5			
	6	17.2	30.2	17.2	34.2			
平均值 \bar{X}_2 、 \bar{Y}_2 ($\mu\text{g/L}$)		16.5	27.4	16.5	36.1			
加标量 μ ($\mu\text{g/L}$)		10.0		20.0				
加标回收率 P_2 (%)		109		98.1				
注1: \bar{X}_2 为实际样品测试均值, \bar{Y}_2 为加标样品测试均值。 注2: 2为实验室编号。								

表1-4-12 固体废物浸出液实际样品钼加标测试数据

验证单位: 常州市环境监测中心

测试日期: 2012年4-5月

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行号		实际样品						备注
		固废样品3加标1		固废样品3加标2				
		样品	加标样品	样品	加标样品			
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	12.6	23.7	12.6	26.8			
	2	12.3	23.6	12.3	30.5			
	3	13.4	20.2	13.4	29.9			
	4	12.4	24.5	12.4	31.0			
	5	12.1	21.4	12.1	30.6			
	6	10.9	23.6	10.9	28.0			
平均值 \bar{X}_2 、 \bar{Y}_2 ($\mu\text{g/L}$)		12.3	22.8	12.3	29.5			

加标量 μ ($\mu\text{g/L}$)	10.0	20.0			
加标回收率 P_2 (%)	106	86.0			
注1: \bar{X}_2 为实际样品测试均值, \bar{Y}_2 为加标样品测试均值。 注2: 2为实验室编号。					

表1-4-13 固体废物全量消解实际样品铍加标测试数据

验证单位: 常州市环境监测中心

测试日期: 2012年4-5月

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行号		实际样品						备注
		固废样品6加标1		固废样品6加标2				
		样品	加标样品	样品	加标样品			
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	1.33	2.88	1.33	4.98			
	2	1.24	3.17	1.24	5.02			
	3	1.02	2.86	1.02	4.86			
	4	1.41	3.26	1.41	5.14			
	5	1.35	3.14	1.35	5.01			
	6	1.34	3.24	1.34	4.46			
平均值 \bar{X}_2 、 \bar{Y}_2 ($\mu\text{g/L}$)		1.28	3.09	1.28	4.91			
加标量 μ (μg)		0.10		0.20				
加标回收率 P_2 (%)		90.4		90.7				
注1: \bar{X}_2 为实际样品测试均值, \bar{Y}_2 为加标样品测试均值。 注2: 2为实验室编号。								

表1-4-14 固体废物全量消解实际样品镍加标测试数据

验证单位: 常州市环境监测中心

测试日期: 2012年4-5月

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行号		实际样品						备注
		固废样品5加标1		固废样品5加标2				
		样品	加标样品	样品	加标样品			
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	94.9	149	94.9	264			
	2	93.8	160	93.8	273			
	3	113	149	113	250			
	4	96.7	169	96.7	241			
	5	93.9	150	93.9	258			
	6	81.2	153	81.2	245			
平均值 \bar{X}_2 、 \bar{Y}_2 ($\mu\text{g/L}$)		95.6	155	95.6	255			

加标量 μ (μg)	2.50	7.50			
加标回收率 P_2 (%)	119	106			
注1: \bar{X}_2 为实际样品测试均值, \bar{Y}_2 为加标样品测试均值。 注2: 2为实验室编号。					

表1-4-15 固体废物全量消解实际样品铜加标测试数据

验证单位: 常州市环境监测中心

测试日期: 2012年4-5月

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行号		实际样品						备注
		固废样品5加标1		固废样品5加标2				
		样品	加标样品	样品	加标样品			
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	191	200	191	312			
	2	162	233	162	321			
	3	186	247	186	317			
	4	185	240	185	361			
	5	196	215	196	366			
	6	183	233	183	356			
平均值 \bar{X}_2 、 \bar{Y}_2 ($\mu\text{g/L}$)		184	228	184	339			
加标量 μ (μg)		2.50		7.50				
加标回收率 P_2 (%)		88.3		103				
注1: \bar{X}_2 为实际样品测试均值, \bar{Y}_2 为加标样品测试均值。 注2: 2为实验室编号。								

表1-4-16 固体废物全量消解实际样品钼加标测试数据

验证单位: 常州市环境监测中心

测试日期: 2012年4-5月

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行号		实际样品						备注
		固废样品6加标1		固废样品6加标2				
		样品	加标样品	样品	加标样品			
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	6.18	15.9	6.18	26.0			
	2	7.21	15.0	7.21	26.5			
	3	8.62	15.3	8.62	24.7			
	4	7.52	18.6	7.52	29.6			
	5	6.95	13.9	6.95	23.6			
	6	7.54	15.0	7.54	26.8			
平均值 \bar{X}_2 、 \bar{Y}_2 ($\mu\text{g/L}$)		7.34	15.6	7.34	26.2			

加标量 μ (μg)	0.50	1.00			
加标回收率 P_2 (%)	82.6	94.2			
注1: \bar{X}_2 为实际样品测试均值, \bar{Y}_2 为加标样品测试均值。 注2: 2为实验室编号。					

表1-4-17 固体废物浸出液实际样品铍加标测试数据

验证单位: 苏州市环境监测中心
站

测试日期: 2012年6-7月

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行号		实际样品						备注
		固废样品3加标1		固废样品3加标2				
		样品	加标样品	样品	加标样品			
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	2.85	4.55	2.85	9.24			
	2	2.99	4.27	2.99	9.02			
	3	2.71	4.95	2.71	9.50			
	4	2.82	4.12	2.82	9.21			
	5	2.70	4.56	2.70	10.2			
	6	2.61	4.43	2.61	10.6			
平均值 \bar{X}_3 、 \bar{Y}_3 ($\mu\text{g/L}$)		2.78	4.48	2.78	9.62			
加标量 μ ($\mu\text{g/L}$)		2.0		6.0				
加标回收率 P_3 (%)		85.1		114				
注1: \bar{X}_3 为实际样品测试均值, \bar{Y}_3 为加标样品测试均值。 注2: 3为实验室编号。								

表1-4-18 固体废物浸出液实际样品镍加标测试数据

验证单位: 苏州市环境监测中心
站:

测试日期: 2012年6-7月

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行号		实际样品						备注
		固废样品1加标1		固废样品1加标2				
		样品	加标样品	样品	加标样品			
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	11.3	19.7	11.3	25.6			
	2	12.0	19.9	12.0	24.6			
	3	11.8	19.6	11.8	28.1			
	4	11.4	20.0	11.4	30.7			
	5	10.6	19.8	10.6	28.6			

	6	11.5	22.6	11.5	29.4			
平均值 \bar{X}_3 、 \bar{Y}_3 ($\mu\text{g/L}$)	11.4	20.3	11.4	27.8				
加标量 μ ($\mu\text{g/L}$)	10.0		20.0					
加标回收率 P_3 (%)	89.0		82.3					
注1: \bar{X}_3 为实际样品测试均值, \bar{Y}_3 为加标样品测试均值。 注2: 3为实验室编号。								

表1-4-19 固体废物浸出液实际样品铜加标测试数据

验证单位: 苏州市环境监测中心
站

测试日期: 2012年6-7月

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行号		实际样品						备注
		固废样品1加标1		固废样品1加标2				
		样品	加标样品	样品	加标样品			
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	19.5	28.4	19.5	50.2			
	2	18.6	25.9	18.6	44.3			
	3	15.6	30.1	15.6	35.1			
	4	17.6	24.2	17.6	38.4			
	5	18.6	29.6	18.6	36.0			
	6	15.1	28.5	15.1	40.7			
平均值 \bar{X}_3 、 \bar{Y}_3 ($\mu\text{g/L}$)		17.5	27.8	17.5	40.8			
加标量 μ ($\mu\text{g/L}$)		10.0		20.0				
加标回收率 P_3 (%)		103		117				
注1: \bar{X}_3 为实际样品测试均值, \bar{Y}_3 为加标样品测试均值。 注2: 3为实验室编号。								

表1-4-20 固体废物浸出液实际样品钼加标测试数据

验证单位: 苏州市环境监测中心
站

测试日期: 2012年6-7月

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行号		实际样品						备注
		固废样品3加标1		固废样品3加标2				
		样品	加标样品	样品	加标样品			
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	12.0	20.5	12.0	34.5			
	2	13.6	20.1	13.6	35.6			
	3	10.5	17.6	10.5	39.3			

	4	10.2	18.6	10.2	34.1			
	5	11.3	21.3	11.3	30.1			
	6	13.7	23.1	13.7	33.6			
平均值 \bar{X}_3 、 \bar{Y}_3 ($\mu\text{g/L}$)		11.9	20.2	11.9	34.5			
加标量 μ ($\mu\text{g/L}$)		10.0		20.0				
加标回收率 P_3 (%)		83.5		113				
注1: \bar{X}_3 为实际样品测试均值, \bar{Y}_3 为加标样品测试均值。 注2: 3为实验室编号。								

表1-4-21 固体废物全量消解实际样品铍加标测试数据

验证单位: 苏州市环境监测中心
站

测试日期: 2012年6-7月

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行号		实际样品						备注
		固废样品6加标1		固废样品6加标2				
		样品	加标样品	样品	加标样品			
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	1.34	3.03	1.34	4.02			
	2	1.20	2.94	1.20	4.13			
	3	1.13	3.08	1.13	5.62			
	4	1.24	3.42	1.24	4.03			
	5	1.42	3.01	1.42	4.56			
	6	1.21	3.15	1.21	4.69			
平均值 \bar{X}_3 、 \bar{Y}_3 ($\mu\text{g/L}$)		1.26	3.10	1.26	4.51			
加标量 μ (μg)		0.10		0.20				
加标回收率 P_3 (%)		92.3		81.3				
注1: \bar{X}_3 为实际样品测试均值, \bar{Y}_3 为加标样品测试均值。 注2: 3为实验室编号。								

表1-4-22 固体废物全量消解实际样品镍加标测试数据

验证单位: 苏州市环境监测中心站

测试日期: 2012年6-7月

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行号		实际样品						备注
		固废样品5加标1		固废样品5加标2				
		样品	加标样品	样品	加标样品			
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	92.4	157	92.4	265			
	2	105	164	105	247			

	3	114	143	114	259			
	4	102	150	102	241			
	5	88.7	175	88.7	225			
	6	105	152	105	236			
平均值 \bar{X}_3 、 \bar{Y}_3 ($\mu\text{g/L}$)		101	157	101	245			
加标量 μ (μg)		2.50		7.50				
加标回收率 P_3 (%)		112		96.2				
注1: \bar{X}_3 为实际样品测试均值, \bar{Y}_3 为加标样品测试均值。 注2: 3为实验室编号。								

表1-4-23 固体废物全量消解实际样品铜加标测试数据

验证单位: 苏州市环境监测中心站

测试日期: 2012年6-7月

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行号		实际样品						备注
		固废样品5加标1		固废样品5加标2				
		样品	加标样品	样品	加标样品			
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	203	223	203	291			
	2	164	255	164	287			
	3	173	237	173	325			
	4	170	234	170	291			
	5	179	221	179	317			
	6	176	237	176	286			
平均值 \bar{X}_3 、 \bar{Y}_3 ($\mu\text{g/L}$)		177	234	177	299			
加标量 μ (μg)		2.50		7.50				
加标回收率 P_3 (%)		114		81.3				
注1: \bar{X}_3 为实际样品测试均值, \bar{Y}_3 为加标样品测试均值。 注2: 3为实验室编号。								

表1-4-24 固体废物全量消解实际样品钼加标测试数据

验证单位: 苏州市环境监测中心站

测试日期: 2012年6-7月

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行号		实际样品						备注
		固废样品6加标1		固废样品6加标2				
		样品	加标样品	样品	加标样品			
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	8.03	16.6	8.03	20.6			
	2	6.59	12.5	6.59	26.4			

	3	9.25	17.6	9.25	28.5			
	4	7.81	18.0	7.81	27.6			
	5	7.56	16.8	7.56	24.0			
	6	6.23	14.9	6.23	21.9			
平均值 \bar{X}_3 、 \bar{Y}_3 ($\mu\text{g/L}$)		7.58	16.1	7.58	24.8			
加标量 μ (μg)		0.50		1.00				
加标回收率 P_3 (%)		84.8		86.2				
注1: \bar{X}_3 为实际样品测试均值, \bar{Y}_3 为加标样品测试均值。 注2: 3为实验室编号。								

表1-4-25 固体废物浸出液实际样品铍加标测试数据

验证单位: 镇江市环境监测中心
站

测试日期: 2012年6-7月

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行号		实际样品						备注
		固废样品3加标1		固废样品3加标2				
		样品	加标样品	样品	加标样品			
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	2.41	4.05	2.41	7.52			
	2	2.74	4.38	2.74	7.12			
	3	2.47	4.68	2.47	7.65			
	4	2.42	4.96	2.42	7.04			
	5	2.85	4.65	2.85	7.54			
	6	2.42	4.67	2.42	7.63			
平均值 \bar{X}_4 、 \bar{Y}_4 ($\mu\text{g/L}$)		2.55	4.56	2.55	7.42			
加标量 μ ($\mu\text{g/L}$)		2.0		6.0				
加标回收率 P_4 (%)		101		81.1				
注1: \bar{X}_4 为实际样品测试均值, \bar{Y}_4 为加标样品测试均值。 注2: 4为实验室编号。								

表1-4-26 固体废物浸出液实际样品镍加标测试数据

验证单位: 镇江市环境监测中心
站

测试日期: 2012年6-7月

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行号		实际样品						备注
		固废样品1加标1		固废样品1加标2				
		样品	加标样品	样品	加标样品			

测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	8.56	22.5	8.56	32.0			
	2	8.23	18.3	8.23	29.7			
	3	7.25	19.2	7.25	30.0			
	4	9.05	22.5	9.05	26.5			
	5	9.66	20.5	9.66	33.5			
	6	8.66	16.6	8.66	30.7			
平均值 \bar{X}_4 、 \bar{Y}_4 ($\mu\text{g/L}$)		8.57	19.9	8.57	30.4			
加标量 μ ($\mu\text{g/L}$)		10.0		20.0				
加标回收率 P_4 (%)		114		109				
注1: \bar{X}_4 为实际样品测试均值, \bar{Y}_4 为加标样品测试均值。 注2: 4为实验室编号。								

表1-4-27 固体废物浸出液实际样品铜加标测试数据

验证单位: 镇江市环境监测中心
站

测试日期: 2012年6-7月

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行号	实际样品						备注
	固废样品1加标1		固废样品1加标2				
	样品	加标样品	样品	加标样品			
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	16.2	24.6	16.2	38.1		
	2	17.1	23.5	17.1	35.2		
	3	21.0	29.6	21.0	34.7		
	4	20.7	28.6	20.7	39.8		
	5	20.9	30.7	20.9	35.8		
	6	22.3	31.4	22.3	39.0		
平均值 \bar{X}_4 、 \bar{Y}_4 ($\mu\text{g/L}$)		19.7	28.1	19.7	37.1		
加标量 μ ($\mu\text{g/L}$)		10.0		20.0			
加标回收率 P_4 (%)		83.6		87.0			
注1: \bar{X}_4 为实际样品测试均值, \bar{Y}_4 为加标样品测试均值。 注2: 4为实验室编号。							

表1-4-28 固体废物浸出液实际样品钼加标测试数据

验证单位: 镇江市环境监测中心
站

测试日期: 2012年6-7月

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行号	实际样品	备
-----	------	---

		固废样品3加标1		固废样品3加标2				
		样品	加标样品	样品	加标样品			
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	10.0	19.1	10.0	25.3			
	2	11.2	20.6	11.2	30.2			
	3	10.7	20.7	10.7	26.4			
	4	10.0	16.2	10.0	31.1			
	5	11.8	21.9	11.8	27.5			
	6	11.0	15.2	11.0	25.4			
平均值 \overline{X}_4 、 \overline{Y}_4 ($\mu\text{g/L}$)		10.8	18.9	10.8	27.7			
加标量 μ ($\mu\text{g/L}$)		10.0		20.0				
加标回收率 P_4 (%)		81.5		84.4				
注1: \overline{X}_4 为实际样品测试均值, \overline{Y}_4 为加标样品测试均值。 注2: 4为实验室编号。								

表1-4-29 固体废物全量消解实际样品铍加标测试数据

验证单位: 镇江市环境监测中心
站

测试日期: 2012年6-7月

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行号		实际样品						备注
		固废样品6加标1		固废样品6加标2				
		样品	加标样品	样品	加标样品			
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	1.29	3.45	1.29	4.97			
	2	1.34	3.80	1.34	4.53			
	3	1.21	3.52	1.21	4.89			
	4	1.08	3.44	1.08	4.53			
	5	1.08	3.56	1.08	4.50			
	6	1.13	3.21	1.13	4.97			
平均值 \overline{X}_4 、 \overline{Y}_4 ($\mu\text{g/L}$)		1.19	3.50	1.19	4.73			
加标量 μ (μg)		0.10		0.20				
加标回收率 P_4 (%)		115		88.6				
注1: \overline{X}_4 为实际样品测试均值, \overline{Y}_4 为加标样品测试均值。 注2: 4为实验室编号。								

表1-4-30 固体废物全量消解实际样品镍加标测试数据

验证单位: 镇江市环境监测中心站

测试日期: 2012年6-7月

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行号		实际样品						备注
		固废样品5加标1		固废样品5加标2				
		样品	加标样品	样品	加标样品			
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	118	156	118	219			
	2	114	147	114	224			
	3	91.2	134	91.2	231			
	4	86.6	139	86.6	258			
	5	98.2	144	98.2	249			
	6	102	147	102	216			
平均值 \bar{X}_4 、 \bar{Y}_4 ($\mu\text{g/L}$)		102	144	102	233			
加标量 μ (μg)		2.50		7.50				
加标回收率 P_4 (%)		85.8		87.4				
注1: \bar{X}_4 为实际样品测试均值, \bar{Y}_4 为加标样品测试均值。 注2: 4为实验室编号。								

表1-4-31 固体废物全量消解实际样品铜加标测试数据

验证单位: 镇江市环境监测中心
站

测试日期: 2012年6-7月

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行号		实际样品						备注
		固废样品5加标1		固废样品5加标2				
		样品	加标样品	样品	加标样品			
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	199	203	199	302			
	2	184	195	184	272			
	3	194	223	194	316			
	4	172	221	172	320			
	5	173	250	173	297			
	6	174	246	174	328			
平均值 \bar{X}_4 、 \bar{Y}_4 ($\mu\text{g/L}$)		182	223	182	306			
加标量 μ (μg)		2.50		7.50				
加标回收率 P_4 (%)		80.8		82.2				
注1: \bar{X}_4 为实际样品测试均值, \bar{Y}_4 为加标样品测试均值。 注2: 4为实验室编号。								

表1-4-32 固体废物全量消解实际样品钼加标测试数据

验证单位: 镇江市环境监测中心站

测试日期: 2012年6-7月

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行号		实际样品						备注
		固废样品6加标1		固废样品6加标2				
		样品	加标样品	样品	加标样品			
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	9.03	17.0	9.03	22.3			
	2	9.45	18.1	9.45	31.9			
	3	7.54	16.2	7.54	25.6			
	4	8.23	18.0	8.23	24.6			
	5	6.65	14.7	6.65	27.4			
	6	7.08	14.6	7.08	26.9			
平均值 \bar{X}_4 、 \bar{Y}_4 ($\mu\text{g/L}$)		8.00	16.4	8.00	26.4			
加标量 μ (μg)		0.50		1.00				
加标回收率 P_4 (%)		84.3		92.2				
注1: \bar{X}_4 为实际样品测试均值, \bar{Y}_4 为加标样品测试均值。 注2: 4为实验室编号。								

表1-4-33 固体废物浸出液实际样品铍加标测试数据

验证单位: 江苏省理化测试中心

测试日期: 2012年6-7月

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行号		实际样品						备注
		固废样品3加标1		固废样品3加标2				
		样品	加标样品	样品	加标样品			
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	2.54	4.02	2.54	7.20			
	2	2.27	3.98	2.27	7.98			
	3	2.25	4.23	2.25	7.05			
	4	2.91	3.96	2.91	7.05			
	5	2.33	4.24	2.33	7.33			
	6	2.70	4.53	2.70	7.54			
平均值 \bar{X}_5 、 \bar{Y}_5 ($\mu\text{g/L}$)		2.50	4.16	2.50	7.36			
加标量 μ ($\mu\text{g/L}$)		2.0		6.0				
加标回收率 P_5 (%)		83.0		81.0				
注1: \bar{X}_5 为实际样品测试均值, \bar{Y}_5 为加标样品测试均值。 注2: 5为实验室编号。								

表1-4-34 固体废物浸出液实际样品镍加标测试数据

验证单位: 江苏省理化测试中心

测试日期: 2012年6-7月

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行号		实际样品						备注
		固废样品1加标1		固废样品1加标2				
		样品	加标样品	样品	加标样品			
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	9.06	20.3	9.06	25.6			
	2	9.66	15.6	9.66	29.1			
	3	8.99	16.2	8.99	22.5			
	4	9.55	19.2	9.55	24.6			
	5	9.05	20.8	9.05	26.9			
	6	11.2	20.9	11.2	27.8			
平均值 \bar{X}_5 、 \bar{Y}_5 ($\mu\text{g/L}$)		9.59	18.8	9.59	26.1			
加标量 μ ($\mu\text{g/L}$)		10.0		20.0				
加标回收率 P_5 (%)		92.5		82.5				
注1: \bar{X}_5 为实际样品测试均值, \bar{Y}_5 为加标样品测试均值。 注2: 5为实验室编号。								

表1-4-35 固体废物浸出液实际样品铜加标测试数据

验证单位: 江苏省理化测试中心

测试日期: 2012年6-7月

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行号		实际样品						备注
		固废样品1加标1		固废样品1加标2				
		样品	加标样品	样品	加标样品			
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	22.6	27.1	22.6	36.5			
	2	23.1	30.2	23.1	35.4			
	3	20.1	32.5	20.1	39.5			
	4	24.3	28.6	24.3	41.2			
	5	23.5	33.2	23.5	37.5			
	6	18.5	31.2	18.5	39.7			
平均值 \bar{X}_5 、 \bar{Y}_5 ($\mu\text{g/L}$)		22.0	30.5	22.0	38.3			
加标量 μ ($\mu\text{g/L}$)		10.0		20.0				
加标回收率 P_5 (%)		84.4		81.4				
注1: \bar{X}_5 为实际样品测试均值, \bar{Y}_5 为加标样品测试均值。 注2: 5为实验室编号。								

表1-4-36 固体废物浸出液实际样品钼加标测试数据

验证单位: 江苏省理化测试中心

测试日期: 2012年6-7月

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行号		实际样品						备注
		固废样品3加标1		固废样品3加标2				
		样品	加标样品	样品	加标样品			
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	10.0	20.7	10.0	25.6			
	2	11.2	21.9	11.2	30.4			
	3	12.0	24.7	12.0	25.4			
	4	10.9	20.6	10.9	26.7			
	5	10.5	21.7	10.5	25.8			
	6	9.89	24.0	9.89	28.5			
平均值 \bar{X}_5 、 \bar{Y}_5 ($\mu\text{g/L}$)		10.7	22.2	10.7	27.1			
加标量 μ ($\mu\text{g/L}$)		10.0		20.0				
加标回收率 P_5 (%)		115		81.6				
注1: \bar{X}_5 为实际样品测试均值, \bar{Y}_5 为加标样品测试均值。 注2: 5为实验室编号。								

表1-4-37 固体废物全量消解实际样品铍加标测试数据

验证单位: 江苏省理化测试中心

测试日期: 2012年6-7月

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行号		实际样品						备注
		固废样品6加标1		固废样品6加标2				
		样品	加标样品	样品	加标样品			
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	1.47	3.23	1.47	4.85			
	2	1.45	3.54	1.45	4.65			
	3	1.32	3.80	1.32	5.25			
	4	1.24	3.96	1.24	4.12			
	5	1.36	3.56	1.36	5.14			
	6	1.27	3.75	1.27	4.89			
平均值 \bar{X}_5 、 \bar{Y}_5 ($\mu\text{g/L}$)		1.35	3.64	1.35	4.82			
加标量 μ (μg)		0.10		0.20				
加标回收率 P_5 (%)		114		86.6				
注1: \bar{X}_5 为实际样品测试均值, \bar{Y}_5 为加标样品测试均值。 注2: 5为实验室编号。								

表1-4-38 固体废物全量消解实际样品镍加标测试数据

验证单位: 江苏省理化测试中心

测试日期: 2012年6-7月

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行号		实际样品						备注
		固废样品5加标1		固废样品5加标2				
		样品	加标样品	样品	加标样品			
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	124	173	124	289			
	2	114	157	114	269			
	3	116	160	116	315			
	4	149	186	149	253			
	5	112	164	112	264			
	6	111	16.2	111	335			
平均值 \bar{X}_5 、 \bar{Y}_5 ($\mu\text{g/L}$)		121	167	121	288			
加标量 μ (μg)		2.50		7.50				
加标回收率 P_5 (%)		91.8		111				
注1: \bar{X}_5 为实际样品测试均值, \bar{Y}_5 为加标样品测试均值。 注2: 5为实验室编号。								

表1-4-39 固体废物全量消解实际样品铜加标测试数据

验证单位: 江苏省理化测试中心

测试日期: 2012年6-7月

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行号		实际样品						备注
		固废样品5加标1		固废样品5加标2				
		样品	加标样品	样品	加标样品			
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	258	282	258	402			
	2	255	303	255	396			
	3	199	291	199	354			
	4	228	273	228	332			
	5	237	265	237	365			
	6	246	274	246	325			
平均值 \bar{X}_5 、 \bar{Y}_5 ($\mu\text{g/L}$)		237	281	237	362			
加标量 μ (μg)		2.50		7.50				
加标回收率 P_5 (%)		88.4		83.6				
注1: \bar{X}_5 为实际样品测试均值, \bar{Y}_5 为加标样品测试均值。 注2: 5为实验室编号。								

表1-4-40 固体废物全量消解实际样品钼加标测试数据

验证单位: 江苏省理化测试中心

测试日期: 2012年6-7月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行号		实际样品						备注
		固废样品6加标1		固废样品6加标2				
		样品	加标样品	样品	加标样品			
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	10.7	20.6	10.7	25.6			
	2	9.45	18.8	9.45	27.2			
	3	8.96	16.5	8.96	25.3			
	4	9.66	18.8	9.66	22.6			
	5	7.33	20.3	7.33	25.9			
	6	10.3	17.4	10.3	28.1			
平均值 \bar{X}_5 、 \bar{Y}_5 ($\mu\text{g/L}$)		9.40	18.7	9.40	25.8			
加标量 μ (μg)		0.50		1.00				
加标回收率 P_5 (%)		93.3		82.0				
注1： \bar{X}_5 为实际样品测试均值， \bar{Y}_5 为加标样品测试均值。 注2：5为实验室编号。								

表1-4-41 固体废物浸出液实际样品铍加标测试数据

验证单位：南京市自来水总公司

测试日期：2012年6-7月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行号		实际样品						备注
		固废样品3加标1		固废样品3加标2				
		样品	加标样品	样品	加标样品			
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	2.70	4.96	2.70	8.63			
	2	2.99	4.70	2.99	8.65			
	3	2.74	5.12	2.74	9.10			
	4	3.00	4.67	3.00	8.46			
	5	2.72	4.57	2.72	8.05			
	6	2.88	4.56	2.88	7.44			
平均值 \bar{X}_6 、 \bar{Y}_6 ($\mu\text{g/L}$)		2.84	4.76	2.84	8.39			
加标量 μ ($\mu\text{g/L}$)		2.0		6.0				
加标回收率 P_6 (%)		96.2		92.5				
注1： \bar{X}_6 为实际样品测试均值， \bar{Y}_6 为加标样品测试均值。 注2：6为实验室编号。								

表1-4-42 固体废物浸出液实际样品镍加标测试数据

验证单位：南京市自来水总公司

测试日期：2012年6-7月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行号		实际样品						备注
		固废样品1加标1		固废样品1加标2				
		样品	加标样品	样品	加标样品			
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	11.8	16.5	11.8	27.6			
	2	12.0	14.8	12.0	27.3			
	3	10.9	18.5	10.9	28.0			
	4	10.4	18.5	10.4	28.7			
	5	9.21	20.1	9.21	31.0			
	6	9.33	20.6	9.33	25.9			
平均值 \bar{X}_6 、 \bar{Y}_6 ($\mu\text{g/L}$)		10.6	18.2	10.6	28.1			
加标量 μ ($\mu\text{g/L}$)		10.0		20.0				
加标回收率 P_6 (%)		75.5		87.3				
注1: \bar{X}_6 为实际样品测试均值, \bar{Y}_6 为加标样品测试均值。 注2: 6为实验室编号。								

表1-4-43 固体废物浸出液实际样品铜加标测试数据

验证单位: 南京市自来水总公司

测试日期: 2012年6-7月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行号		实际样品						备注
		固废样品1加标1		固废样品1加标2				
		样品	加标样品	样品	加标样品			
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	18.4	28.6	18.4	32.1			
	2	17.2	25.4	17.2	36.4			
	3	18.6	28.5	18.6	39.5			
	4	15.2	28.0	15.2	39.0			
	5	17.7	27.5	17.7	35.7			
	6	20.5	30.1	20.5	37.7			
平均值 \bar{X}_6 、 \bar{Y}_6 ($\mu\text{g/L}$)		17.9	28.0	17.9	36.7			
加标量 μ ($\mu\text{g/L}$)		10.0		20.0				
加标回收率 P_6 (%)		101		94.1				
注1: \bar{X}_6 为实际样品测试均值, \bar{Y}_6 为加标样品测试均值。 注2: 6为实验室编号。								

表1-4-44 固体废物浸出液实际样品钼加标测试数据

验证单位: 南京市自来水总公司

测试日期: 2012年6-7月

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行号		实际样品						备注
		固废样品3加标1		固废样品3加标2				
		样品	加标样品	样品	加标样品			
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	12.3	20.7	12.3	30.6			
	2	12.0	25.0	12.0	34.2			
	3	10.2	23.0	10.2	35.7			
	4	10.0	21.7	10.0	31.8			
	5	11.6	21.6	11.6	29.6			
	6	9.84	22.0	9.84	31.4			
平均值 \bar{X}_6 、 \bar{Y}_6 ($\mu\text{g/L}$)		11.0	22.3	11.0	32.2			
加标量 μ ($\mu\text{g/L}$)		10.0		20.0				
加标回收率 P_6 (%)		114		106				
注1: \bar{X}_6 为实际样品测试均值, \bar{Y}_6 为加标样品测试均值。 注2: 6为实验室编号。								

表1-4-45 固体废物全量消解实际样品铍加标测试数据

验证单位: 南京市自来水总公司

测试日期: 2012年6-7月

消解方式: 电热板法; 微波消解法

平行号		实际样品						备注
		固废样品6加标1		固废样品6加标2				
		样品	加标样品	样品	加标样品			
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	1.43	2.75	1.43	4.26			
	2	1.14	2.86	1.14	4.56			
	3	1.32	3.12	1.32	4.85			
	4	1.24	3.02	1.24	4.05			
	5	1.33	2.74	1.33	4.77			
	6	1.36	3.11	1.36	4.96			
平均值 \bar{X}_6 、 \bar{Y}_6 ($\mu\text{g/L}$)		1.30	2.93	1.30	4.58			
加标量 μ (μg)		0.10		0.20				
加标回收率 P_6 (%)		81.7		81.9				
注1: \bar{X}_6 为实际样品测试均值, \bar{Y}_6 为加标样品测试均值。 注2: 6为实验室编号。								

表1-4-46 固体废物全量消解实际样品镍加标测试数据

验证单位: 南京市自来水总公司

测试日期: 2012年6-7月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行号		实际样品					备注
		固废样品5加标1		固废样品5加标2			
		样品	加标样品	样品	加标样品		
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	96.5	157	96.5	286		
	2	113	14.9	113	284		
	3	121	153	121	263		
	4	110	164	110	274		
	5	95.3	157	95.3	254		
	6	107	165	107	315		
平均值 \bar{X}_6 、 \bar{Y}_6 ($\mu\text{g/L}$)		107	157	107	280		
加标量 μ (μg)		2.50		7.50			
加标回收率 P_6 (%)		101		115			
注1: \bar{X}_6 为实际样品测试均值, \bar{Y}_6 为加标样品测试均值。 注2: 6为实验室编号。							

表1-4-47 固体废物全量消解实际样品铜加标测试数据

验证单位：南京市自来水总公司

测试日期：2012年6-7月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行号		实际样品					备注
		固废样品5加标1		固废样品5加标2			
		样品	加标样品	样品	加标样品		
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	227	280	227	367		
	2	243	269	243	365		
	3	214	281	214	386		
	4	225	246	225	380		
	5	224	256	224	357		
	6	213	270	213	339		
平均值 \bar{X}_6 、 \bar{Y}_6 ($\mu\text{g/L}$)		224	267	224	366		
加标量 μ (μg)		2.50		7.50			
加标回收率 P_6 (%)		85.2		94.3			
注1: \bar{X}_6 为实际样品测试均值, \bar{Y}_6 为加标样品测试均值。 注2: 6为实验室编号。							

表1-4-48 固体废物全量消解实际样品钼加标测试数据

验证单位：南京市自来水总公司

测试日期：2012年6-7月

消解方式： 电热板法； 微波消解法

平行号		实际样品						备注
		固废样品6加标1		固废样品6加标2				
		样品	加标样品	样品	加标样品			
测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	1	7.35	21.4	7.35	22.7			
	2	8.65	20.5	8.65	24.9			
	3	6.55	18.5	6.55	27.1			
	4	9.25	16.5	9.25	25.5			
	5	6.77	16.2	6.77	27.4			
	6	7.45	18.7	7.45	24.6			
平均值 \bar{X}_6 、 \bar{Y}_6 ($\mu\text{g/L}$)		7.67	18.6	7.67	25.4			
加标量 μ (μg)		0.50		1.00				
加标回收率 P_6 (%)		110		88.4				
注1： \bar{X}_6 为实际样品测试均值， \bar{Y}_6 为加标样品测试均值。 注2：6为实验室编号。								

2 方法验证数据汇总

2.1 方法检出限、测定下限测试数据汇总

按照 HJ168 的检出限确定方法，6 家实验室测定《固体废物 铍、镍、铜和钼的测定 石墨炉原子吸收分光光度法》中铍镍铜钼。

6 家实验室数据汇总表见表 2-1、表 2-2、表 2-3、表 2-4。

表 2-1 方法检出限、测定下限测试数据汇总表（铍）

实验室编号	浸出液试样		全消解液试样	
	检出限 ($\mu\text{g/L}$)	测定下限 ($\mu\text{g/L}$)	检出限 ($\mu\text{g/L}$)	测定下限 ($\mu\text{g/L}$)
1	0.044	0.175	0.256	1.02
2	0.059	0.235	0.247	0.988
3	0.075	0.300	0.321	1.28
4	0.091	0.365	0.310	1.25
5	0.058	0.233	0.308	1.23
6	0.094	0.377	0.293	1.17

结论：固废铍浸出液试样所得数据的检出限最高值 $0.094 \mu\text{g/L}$ ，将检出限定为： $0.1 \mu\text{g/L}$ ，测定下限 $0.4 \mu\text{g/L}$ ；全消解试样所得数据的检出限最高值 $0.321 \mu\text{g/L}$ ，将检出限定为： $0.40 \mu\text{g/L}$ ，测定下限 $1.60 \mu\text{g/L}$ ，当取样量为 0.500g ，定容体积为 50mL 时，样品对应该方法的检出限为 0.04mg/kg ，测定下限为 0.16mg/kg 。

表 2-2 方法检出限、测定下限测试数据汇总表（镍）

实验室编号	浸出液试样		全消解液试样	
	检出限 ($\mu\text{g/L}$)	测定下限 ($\mu\text{g/L}$)	检出限 ($\mu\text{g/L}$)	测定下限 ($\mu\text{g/L}$)
1	0.854	3.42	1.64	6.56
2	0.511	2.04	1.35	5.42
3	0.737	2.95	1.70	6.79
4	0.729	2.92	1.32	5.29
5	0.661	2.64	1.08	4.33
6	0.659	2.63	1.12	4.47

结论：固废镍浸出液试样所得数据的检出限最高值 $0.854\mu\text{g/L}$ ，将检出限定为： $1\mu\text{g/L}$ ，测定下限 $4\mu\text{g/L}$ ；全消解试样所得数据的检出限最高值 $1.70\mu\text{g/L}$ ，将检出限定为： $2.0\mu\text{g/L}$ ，测定下限 $8.0\mu\text{g/L}$ ，当取样量为 0.500g ，定容体积为 50mL 时，样品对应该方法的检出限为 0.2mg/kg ，测定下限为 0.8mg/kg 。

表 2-3 方法检出限、测定下限测试数据汇总表（铜）

实验室编号	浸出液试样		全消解液试样	
	检出限 ($\mu\text{g/L}$)	测定下限 ($\mu\text{g/L}$)	检出限 ($\mu\text{g/L}$)	测定下限 ($\mu\text{g/L}$)
1	0.887	3.55	1.19	4.75
2	0.511	2.04	1.46	5.85
3	0.644	2.58	0.821	3.29
4	0.887	3.55	1.14	4.58
5	0.489	1.95	0.700	2.80
6	0.330	1.32	0.857	3.43

结论：固废镍浸出液试样所得数据的检出限最高值 $0.887\mu\text{g/L}$ ，将检出限定为： $1\mu\text{g/L}$ ，测定下限 $4\mu\text{g/L}$ ；全消解试样所得数据的检出限最高值 $1.46\mu\text{g/L}$ ，将检出限定为： $2.0\mu\text{g/L}$ ，测定下限 $8.0\mu\text{g/L}$ ，当取样量为 0.500g ，定容体积为 50mL 时，样品对应该方法的检出限为 0.2mg/kg ，测定下限为 0.8mg/kg 。

表 2-4 方法检出限、测定下限测试数据汇总表（钼）

实验室编号	浸出液试样		全消解液试样	
	检出限 ($\mu\text{g/L}$)	测定下限 ($\mu\text{g/L}$)	检出限 ($\mu\text{g/L}$)	测定下限 ($\mu\text{g/L}$)
1	0.454	1.81	0.589	2.35
2	0.928	3.71	1.39	5.56
3	0.867	3.47	0.987	3.95
4	0.833	3.33	1.28	5.10
5	1.04	4.17	0.512	2.05
6	0.670	2.68	0.598	2.39

结论：固废镍浸出液试样所得数据的检出限最高值 $1.04\mu\text{g/L}$ ，将检出限定为： $2\mu\text{g/L}$ ，测定下限 $8.0\mu\text{g/L}$ ；全消解试样所得数据的检出限最高值 $1.39\mu\text{g/L}$ ，将检出限定为： $2.0\mu\text{g/L}$ ，测定下限 $8.0\mu\text{g/L}$ 。

g/L, 测定下限 $8.0 \mu\text{g/L}$, 当取样量为 0.500g , 定容体积为 50mL 时, 样品对应该方法的检出限为 0.2mg/kg , 测定下限为 0.8mg/kg 。

2.2 精密度数据汇总

6家实验室数据汇总表见表2-5、表2-6、表2-7、表2-8、表2-9、表2-20、表2-11、表2-12。

表2-5 浸出液精密度测试数据汇总表（铍）

实验室编号	固废样品 3			固废样品 4		
	\bar{X}_i	S_i	RSD_i	\bar{X}_i	S_i	RSD_i
1	3.27	0.140	4.27	6.75	0.290	4.30
2	2.58	0.136	5.26	7.42	0.323	4.35
3	2.78	0.121	4.35	6.12	0.222	3.62
4	2.55	0.177	6.95	5.96	0.217	3.68
5	2.50	0.242	9.67	6.73	0.217	3.23
6	2.84	0.123	4.34	7.00	0.317	4.53
\bar{x}	2.75			6.66		
S'	0.287			0.558		
S_r	0.162			0.269		
S_R	0.323			0.610		
RSD'	10.4			8.38		
重复性限 r	0.454			0.752		
再现性限 R	0.904			1.71		

结论：六家实验室对固废样品3和固废样品4的浸出液进行测定，实验室间相对标准偏差为10.4%和8.38%，重复性限 r 为 $0.454 \mu\text{g/L}$ 和 $0.752 \mu\text{g/L}$ ，再现性限 R 为 $0.904 \mu\text{g/L}$ 和 $1.71 \mu\text{g/L}$ 。

表2-6 浸出液精密度测试数据汇总表（镍）

实验室编号	固废样品 1			固废样品 2		
	\bar{X}_i	S_i	RSD_i	\bar{X}_i	S_i	RSD_i
1	9.82	0.442	4.50	20.1	1.19	5.91
2	11.5	1.08	9.38	20.4	1.53	7.49
3	11.4	1.02	8.96	18.6	1.98	10.6
4	8.57	0.740	8.64	22.0	2.00	9.10
5	9.59	0.767	8.00	22.5	1.85	8.22
6	10.6	1.08	10.2	18.4	1.33	7.24
\bar{x}	10.2			20.3		

S'	1.13	1.71
Sr	0.886	1.68
SR	1.39	2.29
RSD'	11.0	8.42
重复性限 r	2.48	4.69
再现性限 R	3.90	6.43

结论：六家实验室对固废样品 1 和固废样品 2 的浸出液进行测定，实验室间相对标准偏差为 11.0%和 8.42%，重复性限 r 为 2.48 μg/L 和 4.69 μg/L，再现性限 R 为 3.90 μg/L 和 4.63 μg/L。

表 2-7 浸出液精密度测试数据汇总表（铜）

实验室编号	固废样品 1			固废样品 2		
	\bar{X}_i	S_i	RSD_i	\bar{X}_i	S_i	RSD_i
1	19.6	1.29	6.60	105	8.22	7.85
2	16.5	1.49	9.02	94.5	10.4	11.0
3	17.5	1.61	9.23	86.1	6.07	7.05
4	19.7	2.23	11.3	88.9	5.03	5.65
5	22.0	2.04	9.27	98.2	7.77	7.91
6	17.9	1.59	8.89	93.9	9.07	9.66
\bar{x}	18.9			94.4		
S'	1.98			6.65		
Sr	1.74			7.96		
SR	2.54			9.85		
RSD'	10.5			7.04		
重复性限 r	4.87			22.3		
再现性限 R	7.44			27.6		

结论：六家实验室对固废样品 1 和固废样品 2 的浸出液进行测定，实验室间相对标准偏差为 10.5%和 7.04%，重复性限 r 为 4.87 μg/L 和 22.3 μg/L，再现性限 R 为 7.44 μg/L 和 27.6 μg/L。

表 2-8 浸出液精密度测试数据汇总表（钼）

实验室编号	固废样品 3			固废样品 4		
	\bar{X}_i	S_i	RSD_i	\bar{X}_i	S_i	RSD_i
1	10.1	0.691	6.83	67.3	3.26	4.84
2	12.3	0.755	6.15	73.1	3.38	4.62
3	11.9	1.36	11.4	73.8	5.08	6.88

4	10.8	0.644	5.97	70.4	3.99	5.67
5	10.7	0.731	6.80	70.0	3.08	4.41
6	11.0	1.01	9.15	72.4	2.99	4.13
\bar{x}	11.1			71.2		
S'	0.795			2.41		
Sr	0.899			3.70		
SR	1.14			4.16		
RSD'	7.15			3.40		
重复性限 r	2.52			10.4		
再现性限 R	3.20			11.6		

结论：六家实验室对固废样品 1 和固废样品 2 的浸出液进行测定实验室间相对标准偏差为 7.15%和 3.40%，重复性限 r 为 2.52 $\mu\text{g/L}$ 和 10.4 $\mu\text{g/L}$ ，再现性限 R 为 3.20 $\mu\text{g/L}$ 和 11.6 $\mu\text{g/L}$ 。

表 2-9 全量精密度测试数据汇总表（铍）

实验室编号	固废样品 5			固废样品 6		
	\bar{X}_i	S_i	RSD_i	\bar{X}_i	S_i	RSD_i
1	0.128	0.0069	5.36	0.240	0.0149	6.19
2	0.127	0.0113	8.87	0.214	0.0212	9.94
3	0.119	0.0095	8.01	0.209	0.0160	7.66
4	0.124	0.0094	7.59	0.198	0.0169	8.53
5	0.109	0.0115	10.6	0.225	0.0142	6.31
6	0.119	0.0052	4.38	0.217	0.0152	7.03
\bar{x}	0.121			0.217		
S'	0.0071			0.0144		
Sr	0.0092			0.0166		
SR	0.0110			0.0209		
RSD'	5.89			6.62		
重复性限 r	0.026			0.046		
再现性限 R	0.031			0.058		

结论：六家实验室对固废样品 5 和固废样品 6 进行测定，实验室间相对标准偏差为 5.89%和 6.62%，重复性限 r 为 0.026mg/kg 和 0.046mg/kg，再现性限 R 为 0.031mg/kg 和 0.058mg/kg。

表 2-10 全量精密度测试数据汇总表（镍）

实验室编号	固废样品 5			固废样品 6		
	\bar{X}_i	S_i	RSD_i	\bar{X}_i	S_i	RSD_i
1	18.0	1.86	10.4	8.11	0.766	9.45
2	15.9	1.55	9.75	6.96	0.330	4.74
3	16.8	1.38	8.19	7.19	0.320	4.46
4	16.9	1.87	11.0	7.70	0.539	6.99
5	20.2	2.21	11.0	7.48	0.474	6.34
6	17.9	1.48	8.32	7.28	0.458	6.30
\bar{x}	17.6			7.45		
S'	1.45			0.408		
Sr	1.75			0.504		
SR	2.16			0.615		
RSD'	8.24			5.48		
重复性限 r	4.90			1.41		
再现性限 R	6.04			1.72		

结论：六家实验室对固废样品 5 和固废样品 6 进行测定，实验室间相对标准偏差为 8.24%和 5.48%，重复性限 r 为 4.90mg/kg 和 1.41mg/kg，再现性限 R 为 6.04mg/kg 和 1.72mg/kg。

表 2-11 全量精密度测试数据汇总表（铜）

实验室编号	固废样品 5			固废样品 6		
	\bar{X}_i	S_i	RSD_i	\bar{X}_i	S_i	RSD_i
1	35.9	2.32	6.47	81.8	5.12	6.25
2	30.7	1.78	5.82	79.3	3.84	4.84
3	29.6	2.07	6.98	91.0	4.70	5.17
4	30.4	1.79	5.88	87.9	5.37	6.10
5	39.5	3.31	8.38	85.7	4.22	4.92
6	37.4	1.69	4.53	92.5	5.44	5.88
\bar{x}	33.9			86.3		
S'	4.22			5.05		
Sr	2.23			4.93		
SR	4.69			6.77		
RSD'	12.5			5.86		
重复性限 r	6.25			13.8		
再现性限 R	13.1			18.9		

结论：六家实验室对固废样品 5 和固废样品 6 进行测定，实验室间相对标准偏差为 12.5%和

5.86%，重复性限 r 为 6.25mg/kg 和 13.8mg/kg，再现性限 R 为 13.1mg/kg 和 18.9mg/kg。

表 2-12 全量精密度测试数据汇总表（钼）

实验室编号	固废样品 6			固废样品 6		
	\bar{X}_i	S_i	RSD_i	\bar{X}_i	S_i	RSD_i
1	7.36	0.377	5.12	1.33	0.156	11.8
2	5.15	0.176	5.37	1.22	0.122	10.0
3	6.72	0.327	4.86	1.26	0.165	13.0
4	5.68	0.344	6.06	1.33	0.168	12.6
5	6.82	0.435	6.38	1.57	0.180	11.5
6	5.73	0.426	7.45	1.28	0.162	12.7
\bar{x}	6.24			1.33		
S'	0.847			0.122		
S_r	0.368			0.160		
S_R	0.911			0.190		
RSD'	13.6			9.16		
重复性限 r	1.03			0.447		
再现性限 R	2.55			0.532		

结论：六家实验室对固废样品 5 和固废样品 6 进行测定，实验室间相对标准偏差为 13.6% 和 9.16%，重复性限 r 为 1.03mg/kg 和 0.447mg/kg，再现性限 R 为 2.55mg/kg 和 0.532mg/kg。

2.3 准确度数据汇总

6 家实验室数据汇总表见表 2-13、表 2-14、表 2-15、表 2-16、表 2-17、表 2-18、表 2-19、表 2-20。

表 2-13 浸出液准确度测试数据汇总表（铍）

实验室编号	固废样品 3（加标 2.0 μ g/L）	固废样品 3（加标 6.0 μ g/L）
	$P_i\%$	$P_i\%$
1	108	88.5
2	117	113
3	85.1	114
4	101	81.1
5	83.0	80.7
6	96.2	92.5
$\bar{P}\%$	98.3	95.0
$S\bar{P}$	13.2	15.0

结论：六家实验室对固废样品 3 的浸出液进行加标回收实验，加标浓度分别为 2.0 μg/L 和 6.0 μg/L，加标回收率分别为 83.0%~117%和 81.1%~114%，加标回收率最终值分别为 98.3% ±26.4%和 95.0%±30.0%。

表 2-14 浸出液准确度测试数据汇总表（镍）

实验室编号	固废样品 1 (加标 10.0 μg/L)	固废样品 1 (加标 20.0 μg/L)
	$P_i\%$	$P_i\%$
1	92.3	89.8
2	87.9	86.7
3	89.0	82.3
4	114	109
5	92.5	82.5
6	86.4	87.3
$\bar{P}\%$	93.6	89.6
$S\bar{P}$	10.1	10.0

结论：六家实验室对固废样品 1 的浸出液进行加标回收实验，加标浓度分别为 10.0 μg/L 和 20.0 μg/L，加标回收率分别为 86.4%~114%和 82.3%~109%，加标回收率最终值分别为 93.6% ±20.2%和 89.6%±20.0%。

表 2-15 浸出液准确度测试数据汇总表（铜）

实验室编号	固废样品 1 (加标 10.0 μg/L)	固废样品 1 (加标 20.0 μg/L)
	$P_i\%$	$P_i\%$
1	85.8	114
2	109	98.1
3	103	117
4	83.6	87.0
5	84.4	81.4
6	101	94.1
$\bar{P}\%$	94.5	98.4
$S\bar{P}$	11.2	14.1

结论：六家实验室对固废样品 1 的浸出液进行加标回收实验，加标浓度分别 10.0 μg/L 和 20.0 μg/L，加标回收率分别为 83.6%~109%和 81.4%~117%，加标回收率最终值分别为 94.5% ±22.4%和 98.4%±28.2%。

表 2-16 浸出液准确度测试数据汇总表（钼）

实验室编号	固废样品 3 (加标 10.0 μg/L)	固废样品 3 (加标 20.0 μg/L)
	$P_i\%$	$P_i\%$

1	101	106
2	106	86.0
3	83.5	113
4	81.5	84.4
5	115	81.6
6	114	106
$\bar{P}\%$	100	96.2
$S\bar{P}$	14.5	13.8

结论：六家实验室对固废样品 3 的浸出液进行加标回收实验，加标浓度分别为 10.0 $\mu\text{g/L}$ 和 20.0 $\mu\text{g/L}$ ，加标回收率分别为 81.5%~115%和 81.6%~106%，加标回收率最终值分别为 100% \pm 29.0%和 96.2% \pm 27.6%。

表 2-17 全量准确度测试数据汇总表（铍）

实验室编号	固废样品 6（加标 0.10 μg ）	固废样品 6（加标 0.20 μg ）
	$P_i\%$	$P_i\%$
1	89.6	110
2	90.4	90.7
3	92.3	81.3
4	115	88.6
5	114	86.6
6	81.7	81.9
$\bar{P}\%$	97.3	89.8
$S\bar{P}$	14.1	10.5

结论：六家实验室对固废样品 6 进行加标回收实验，加标量分别为 0.10 μg 和 0.20 μg ，加标回收率分别为 81.7%~114%和 81.3%~110%，加标回收率最终值分别为 97.3% \pm 28.2%和 89.8% \pm 21.0%。

表 2-18 全量准确度测试数据汇总表（镍）

实验室编号	固废样品 5（加标 2.50 μg ）	固废样品 5（加标 7.50 μg ）
	$P_i\%$	$P_i\%$
1	114	95.8
2	119	106
3	112	96.2
4	85.8	87.4
5	91.8	111
6	101	115
$\bar{P}\%$	104	102

$S\bar{P}$	13.2	10.5
------------	------	------

结论：六家实验室对固废样品 5 进行加标回收实验，加标量分别为 2.50 μg 和 7.50 μg ，加标回收率分别为 85.8%~119%和 87.4%~115%，加标回收率最终值分别为 104% \pm 26.4%和 102% \pm 31.0%。

表 2-19 全量准确度测试数据汇总表（铜）

实验室编号	固废样品 5（加标 2.50 μg ）	固废样品 5（加标 7.50 μg ）
	$P_i\%$	$P_i\%$
1	87.9	88.8
2	88.3	103
3	114	81.3
4	80.8	82.2
5	88.4	83.6
6	85.2	94.3
$\bar{P}\%$	90.7	88.9
$S\bar{P}$	11.6	8.53

六家实验室对固废样品 5 进行加标回收实验，加标量分别为 2.50 μg 和 7.50 μg ，加标回收率分别为 80.8%~114%和 81.3%~103%，加标回收率最终值分别为 90.7% \pm 23.2%和 88.9% \pm 17.1%。

表 2-20 全量准确度测试数据汇总表（钼）

实验室编号	固废样品 6（加标 0.50 μg ）	固废样品 6（加标 1.00 μg ）
	$P_i\%$	$P_i\%$
1	119	107
2	82.6	94.2
3	84.8	86.2
4	84.3	92.2
5	93.3	82.0
6	110	88.4
$\bar{P}\%$	95.6	91.7
$S\bar{P}$	15.2	8.73

六家实验室对固废样品 6 进行加标回收实验，加标量分别为 0.50 μg 和 1.00 μg ，加标回收率分别为 82.6%~119%和 82.0%~107%，加标回收率最终值分别为 95.6% \pm 30.4%和 91.7% \pm 17.5%。

3. 方法验证结论

3.1 本标准的检出限（固体废物的检出限按称样量 0.5000g，定容至 50.0mL 计算）见表 3-1。

表 3-1 方法检出限及测定下限

元素	浸 出 液 ($\mu\text{g/L}$)			全 量 (mg/kg)		
	检出限	测定下限	测定范围	检出限	测定下限	测定范围
Be	0.10	0.40	0.40~	0.04	0.16	0.16~5.0
Ni	1.0	4.0	4.0~50.0	0.20	0.80	0.80~5.0
Cu	1.0	4.0	4.0~50.0	0.15	0.60	0.60~5.0
Mo	1.5	6.0	6.0~50.0	0.15	0.60	0.60~5.0

3.2 六家实验室对统一固废样品进行了测定，方法的重复性、再现性等精密度指标见表 3-2 和表 3-3。

表 3-2 方法精密度汇总数据（浸出液）

金属元素	测定均值 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内相 对偏差 (%)	实验室间相 对偏差 (%)	重复性限 $r(\mu\text{g/L})$	再现性限 $R(\mu\text{g/L})$
Be	2.75	4.27~9.67	10.4	0.454	0.904
	6.66	3.23~4.53	8.38	0.752	1.71
Ni	10.2	4.50~10.2	11.0	2.48	3.90
	20.3	5.91~10.6	8.42	4.69	6.43
Cu	18.9	6.60~11.3	10.5	4.84	7.44
	94.4	5.65~11.0	7.04	22.3	27.6
Mo	11.0	5.97~11.4	7.15	2.52	3.20
	71.2	4.13~6.88	3.40	10.4	11.6

表 3-3 方法精密度汇总数据（全量消解）

金属元素	测定均值 (mg/kg)	实验室内相 对偏差 (%)	实验室间相 对偏差 (%)	重复性限 $r(\text{mg/kg})$	再现性限 $R(\text{mg/kg})$
Be	0.121	4.38~10.6	5.89	0.026	0.031
	0.217	6.31~9.94	6.62	0.046	0.058
Ni	17.6	8.19~11.0	8.24	4.9	6.04
	7.45	4.46~9.45	5.48	1.41	1.72
Cu	33.9	4.53~8.38	12.5	6.25	13.1
	86.3	4.84~6.25	5.86	13.8	18.9
Mo	6.24	4.86~7.45	13.6	1.03	2.55
	1.33	10.0~13.0	9.16	0.447	0.532

3.3 六家实验室对不同质量浓度固废的统一样品进行了加标回收测定，方法的准确度指标见表 3-4 和表 3-5。

表 3-4 方法准确度汇总数据（浸出液）

金属元素	实际样品平均值 ($\mu\text{g/L}$)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	加标回收率终值 ($\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$)
Be	2.75	2.0	98.3 \pm 26.4
	2.75	6.0	95.0 \pm 30.0
Ni	10.2	10.0	93.6 \pm 20.2
	10.2	20.0	89.6 \pm 20.0
Cu	18.9	10.0	94.5 \pm 22.4
	18.9	20.0	98.4 \pm 28.2
Mo	11.1	10.0	100 \pm 29.0
	11.1	20.0	96.2 \pm 27.6

表 3-5 方法准确度汇总数据（全量消解）

金属元素	实际样品平均值 (mg/kg)	加标量 (μg)	加标回收率终值 ($\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$)
Be	0.217	0.10	97.3 \pm 28.2
	0.217	0.20	89.8 \pm 21.0
Ni	17.6	2.50	104 \pm 26.4
	17.6	7.50	102 \pm 21.0
Cu	33.9	2.50	90.7 \pm 23.2
	33.9	7.50	88.9 \pm 17.1
Mo	1.33	0.50	95.6 \pm 30.4
	1.33	1.00	91.7 \pm 17.5

3.4 该方法具有较好地重复性和再现性，方法各项特性指标达到预期要求。