



# 中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 766-2015

## 固体废物 金属元素的测定 电感耦合等离子体质谱法

Solid Waste – Determination of metals – Inductively coupled plasma mass  
spectrometry (ICP-MS)  
(发布稿)

本电子版为发布稿。请以中国环境科学出版社出版的正式标准文本为准。

2015-11-20 发布

2015-12-15 实施

环 境 保 护 部 发 布

# 目 次

前 言.....	ii
1 适用范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 方法原理.....	1
4 干扰和消除.....	1
5 试剂和材料.....	2
6 仪器和设备.....	2
7 样品 .....	3
8 分析步骤.....	3
9 结果计算与表示.....	4
10 精密度和准确度.....	6
11 质量保证和质量控制.....	6
12 废物处理.....	7
13 注意事项.....	7
附录 A (规范性附录) 方法检出限和测定下限 .....	8
附录 B (资料性附录) 常见多原子离子干扰及干扰校正常用数学方程式.....	9
附录 C (资料性附录) 方法的精密度和准确度 .....	10

## 前　　言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国固体废物污染环境防治法》，保护环境，保障人体健康，规范固体废物中金属元素的监测方法，制定本标准。

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

本标准附录 A 为规范性附录，附录 B、附录 C 为资料性附录。

本标准由环境保护部科技标准司组织制订。

本标准主要起草单位：青岛市环境监测中心站

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

本标准环境保护部 2015 年 11 月 20 日批准。

本标准自 2015 年 12 月 15 日起实施。

本标准由环境保护部解释。

# 固体废物 金属元素的测定 电感耦合等离子体质谱法

警告：配制铊、铍等剧毒物质的标准溶液时，应避免与皮肤直接接触。实验中使用的硝酸、盐酸、氢氟酸具有挥发性和腐蚀性，操作时应按规定要求佩戴防护用品，整个实验过程必须在通风橱中进行操作。

## 1 适用范围

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

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

当固体废物浸出液取样体积为 25 ml 时，17 种金属元素的检出限为 0.7 μg/L~6.4 μg/L，测定下限为 2.8 μg/L~25.6 μg/L。各元素的方法检出限详见附录 A。当固体废物样品量在 0.1 g 时，17 种金属元素的方法检出限为 0.4 mg/kg~3.2 mg/kg，测定下限为 1.6 mg/kg~12.8 mg/kg。

## 2 规范性引用文件

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

- HJ/T 20 工业固体废物采样制样技术规范
- HJ/T 298 危险废物鉴别技术规范
- HJ/T 299 固体废物 浸出毒性浸出方法 硫酸硝酸法
- HJ/T 300 固体废物 浸出毒性浸出方法 醋酸缓冲溶液法
- HJ 557 固体废物 浸出毒性浸出方法 水平振荡法

## 3 方法原理

固体废物或固体废物浸出液经微波消解预处理后，采用电感耦合等离子体质谱仪进行检测，根据元素的质谱图或特征离子进行定性，内标法定量。

## 4 干扰和消除

### 4.1 质谱型干扰

质谱型干扰主要包括同量异位素干扰、多原子离子干扰、氧化物和双电荷干扰等。同量异位素干扰可以使用干扰校正方程进行校正，或在分析前对样品进行化学分离等方法进行消除。常用的质量数干扰校正方程见附录 B-1。

多原子离子干扰是 ICP-MS 最主要的干扰来源，可以利用干扰校正方程、仪器优化以及碰撞反应池技术进行消除。常见的多原子离子干扰见附录 B-2。

氧化物干扰和双电荷干扰可通过调节仪器参数降低干扰程度。

### 4.2 非质谱型干扰

非质谱型干扰主要包括基体抑制干扰、空间电荷效应干扰、物理效应干扰等。非质谱型

干扰程度与样品基体性质有关，可通过内标法、仪器条件优化或标准加入法等措施消除。

## 5 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的优级纯化学试剂，实验用水为新制备的去离子水。

- 5.1 盐酸:  $\rho$  (HCl) = 1.19 g/ml, 优级纯或高纯。
- 5.2 硝酸:  $\rho$  (HNO<sub>3</sub>) = 1.42 g/ml, 优级纯或高纯。
- 5.3 氢氟酸:  $\rho$  (HF) = 1.49 g/ml。
- 5.4 双氧水:  $\omega$  (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) = 30 %。
- 5.5 硝酸溶液: 2+98。
- 5.6 硝酸溶液: 5+95。
- 5.7 单元素标准储备溶液:  $\rho$ =1.00 mg/ml。

可用高纯度的金属（纯度大于 99.99 %）或金属盐类（基准或高纯试剂）配制成 1.00 mg/ml 含硝酸溶液（5.5）的标准储备溶液，或可直接购买有证标准溶液。

- 5.8 多元素标准储备溶液:  $\rho$ =100 mg/L。

用硝酸溶液(5.5)稀释单元素标准储备溶液(5.7)，或可直接购买多元素混合有证标准溶液。

- 5.9 多元素标准使用溶液:  $\rho$ =1.00 mg/L。

用硝酸溶液(5.5)稀释标准储备溶液（5.7 或 5.8）。

- 5.10 内标标准储备溶液:  $\rho$ =10.0 mg/L。

宜选用 <sup>6</sup>Li、<sup>45</sup>Sc、<sup>74</sup>Ge、<sup>89</sup>Y、<sup>103</sup>Rh、<sup>115</sup>In、<sup>185</sup>Re、<sup>209</sup>Bi 为内标元素。可直接购买有证标准溶液进行配制，介质为硝酸溶液（5.5）。

- 5.11 质谱仪调谐溶液:  $\rho$ =10.0  $\mu$ g/L。

宜选用含有 Li、Y、Be、Mg、Co、In、Tl、Pb 和 Bi 元素的溶液为质谱仪的调谐溶液。可直接购买有证标准溶液配制。

注 1：所有元素的标准溶液配制后均应在密封的聚乙烯或聚丙烯瓶中保存。

- 5.12 氩气：纯度不低于 99.99 %。

## 6 仪器和设备

6.1 电感耦合等离子体质谱仪 (ICP-MS): 能够扫描的质量范围为 6 amu~240 amu，在 10 % 峰高处的缝宽应介于 0.6 amu~0.8 amu。

6.2 微波消解装置：具备程式化功率设定功能，微波消解仪功率在 1200 W 以上，配有聚四氟乙烯或同等材质的微波消解罐。

- 6.3 天平：感量 0.1 mg。

- 6.4 尼龙筛：0.15 mm(100 目)。

- 6.5 滤膜：水系微孔滤膜，孔径 0.45 $\mu$  m。

- 6.6 赶酸仪：温度≥150 °C。

- 6.7 一般实验室常用仪器和设备。

## 7 样品

### 7.1 采集与保存

按照 HJ/T 20 和 HJ/T 298 的相关规定对固体废物进行样品的采集和保存。

### 7.2 样品制备

#### 7.2.1 固体废物浸出液

按照 HJ/T 299、HJ/T 300 和 HJ 557 的相关规定进行浸出液的制备。

#### 7.2.2 固体废物

按照 HJ/T 20 的相关规定进行固体废物样品的制备。对于固态废物或可干化的半固态固体废物样品，准确称取 10 g 样品( $m_1$ ，精确至 0.01 g)，自然风干或冷冻干燥后，再次称重 ( $m_2$ ，精确至 0.01 g)，研磨，全部过 0.15 mm (100 目) 尼龙筛 (6.4) 备用。

### 7.3 试样的制备

#### 7.3.1 固体废物浸出液试样

移取固体废物浸出液 25.0 ml，置于消解罐中，加入 4 ml 硝酸 (5.2) 和 1 ml 盐酸 (5.1)，将消解罐放入微波消解装置 (6.2) 进行消解，推荐的试样消解程序见附录 B-3。消解后冷却至室温，小心打开消解罐的盖子，然后将消解罐放在赶酸仪 (6.6) 中，于 150 °C 敞口赶酸至内溶物近干，冷却至室温后，用去离子水溶解内溶物，然后将溶液转移至 50 ml 容量瓶中，用去离子水定容至 50 ml。测定前使用滤膜 (6.5) 过滤或取上清液进行测定。

#### 7.3.2 固体废物试样

对于固态样品或可干化的半固体样品，称取 0.1 g~0.2 g ( $m_3$ ) 过筛后的样品 (7.2.2)；对于液态或不可干化的固态样品，直接称取样品 0.2 g ( $m_3$ )，精确至 0.0001 g。将样品置于消解罐中，加入 1 ml 盐酸 (5.1)、4 ml 硝酸 (5.2)、1 ml 氢氟酸 (5.3) 和 1 ml 双氧水 (5.4)，将消解罐放入微波消解装置 (6.2) 进行消解，推荐的试样消解程序见附录 B-3。消解后冷却至室温，小心打开消解罐的盖子，然后将消解罐放在赶酸仪 (6.6) 中，于 150 °C 敞口赶酸，至内溶物近干，冷却至室温后，用去离子水溶解内溶物，然后将溶液转移至 50 ml 容量瓶中，用去离子水定容至 50 ml。测定前使用滤膜 (6.5) 过滤或取上清液进行测定。

注 2：对于特殊基体样品，若使用上述消解液消解不完全，可适当增加酸用量。

注 3：若通过验证能满足本标准的质量控制和质量保证要求，也可以使用电热板等其他消解方法。

### 7.4 空白试样

用去离子水代替试样，采用与试样制备相同的步骤和试剂，制备空白试样。

## 8 分析步骤

### 8.1 仪器操作参考条件

不同型号仪器的最佳工作条件不同，标准模式和反应池模式应按照仪器使用说明书进行操作。

### 8.2 仪器调谐

点燃等离子体后，仪器预热稳定 30 分钟。用质谱仪调谐溶液 (5.11) 对仪器的灵敏度、氧化物和双电荷进行调谐，在仪器的灵敏度、氧化物、双电荷满足要求的条件下，质谱仪给出的调谐溶液中所含元素信号强度的相对标准偏差≤ 5%。在涵盖待测元素的质量数范围内进

行质量校正和分辨率校验，如果质量校正结果与真实值差别超过 $\pm 0.1$  amu 或调谐元素信号的分辨率在 10%峰高处所对应的峰宽超过 0.6 amu~0.8 amu 的范围，应按照仪器使用说明书的要求将质量校正到正确值。

### 8.3 校准曲线的建立

分别取一定体积的多元素标准使用液（5.9）和内标标准储备溶液（5.10）于容量瓶中，用硝酸溶液（5.5）进行稀释，配制成金属元素浓度分别为 0  $\mu\text{g}/\text{L}$ 、10.0  $\mu\text{g}/\text{L}$ 、20.0  $\mu\text{g}/\text{L}$ 、50.0  $\mu\text{g}/\text{L}$ 、100  $\mu\text{g}/\text{L}$ 、500  $\mu\text{g}/\text{L}$  的校准系列。内标标准储备溶液（5.10）可以直接加入到校准系列中，也可在样品雾化之前通过蠕动泵在线加入。所选内标的浓度应远高于样品自身所含内标元素的浓度，常用的内标浓度范围为 50.0  $\mu\text{g}/\text{L}$ ~1000  $\mu\text{g}/\text{L}$ 。用 ICP-MS 进行测定，以各元素的浓度为横坐标，以响应值和内标响应值的比值为纵坐标，建立校准曲线。校准曲线的浓度范围可根据测量需要进行调整。

### 8.4 试样测定

每个试样测定前，用硝酸溶液（5.6）冲洗系统直到信号降至最低，待分析信号稳定后才可开始测定。将制备好的试样加入与校准曲线相同量的内标标准，在相同的仪器分析条件下进行测定。若样品中待测元素浓度超出校准曲线范围，需经稀释后重新测定，稀释液使用硝酸溶液（5.5）。

### 8.5 空白试样测定

按照与试样相同的测定条件测定空白试样。

## 9 结果计算与表示

9.1 试样中待测金属元素质量浓度  $\rho_x$  按照公式（1）进行计算。

$$\rho_x = \frac{\left( \frac{A_x}{A_{is}} - a \right) \times \rho_{is}}{b} \times k \quad (1)$$

式中：

$\rho_x$ —试样中待测金属元素的浓度， $\mu\text{g}/\text{L}$ ；

$A_x$ —待测金属元素定量离子响应值；

$A_{is}$ —与待测金属元素相对应的内标定量离子的响应值；

$\rho_{is}$ —内标元素的浓度， $\mu\text{g}/\text{L}$ ；

$k$ —稀释倍数；

$a$ —校准曲线的截距；

$b$ —校准曲线的斜率。

### 9.2 固体废物测定结果的计算

#### 9.2.1 固态和可干化的半固态固体废物

固体废物中待测金属元素的含量  $\omega$  ( $\text{mg}/\text{kg}$ ) 按照公式（2）进行计算。

$$\omega = \frac{(\rho_x - \rho_0) \times V}{m_3} \times \frac{m_2}{m_1} \times 10^{-3} \quad (2)$$

式中：

- $\omega$ —固体废物中待测金属元素的含量, mg/kg;
- $\rho_x$ —由校准曲线计算测定试样中待测金属元素的浓度,  $\mu\text{g}/\text{L}$ ;
- $\rho_0$ —空白试样中待测金属元素浓度,  $\mu\text{g}/\text{L}$ ;
- $V$ —消解后试样的定容体积, ml;
- $m_1$ —样品的称取量, g;
- $m_2$ —干燥后样品的质量, g;
- $m_3$ —称取过筛后试样的质量, g。

### 9.2.2 液态和不可干化的半固态固体废物

固体废物中金属元素的含量  $\omega$  (mg/kg) 按照公式 (3) 进行计算。

$$\omega = \frac{(\rho_x - \rho_0) \times V}{m_3} \times 10^{-3} \quad (3)$$

式中：

- $\omega$ —固体废物中待测金属元素的含量, mg/kg;
- $\rho_x$ —由校准曲线计算试样中待测金属元素的浓度,  $\mu\text{g}/\text{L}$ ;
- $\rho_0$ —空白试样中待测金属元素的浓度,  $\mu\text{g}/\text{L}$ ;
- $V$ —消解后试样的定容体积, ml;
- $m_3$ —称取样品的质量, g。

### 9.3 固体废物浸出液测定结果的计算

固体废物浸出液中待测金属元素的浓度  $\rho$  ( $\mu\text{g}/\text{L}$ ) 按照公式 (4) 进行计算。

$$\rho = \frac{(\rho_x - \rho_0) \times V_2}{V_1} \quad (4)$$

式中：

- $\rho$ —固体废物浸出液中待测金属元素的含量,  $\mu\text{g}/\text{L}$ ;
- $\rho_x$ —由校准曲线计算试样中待测金属元素的浓度,  $\mu\text{g}/\text{L}$ ;
- $\rho_0$ —空白试样中待测金属元素的浓度,  $\mu\text{g}/\text{L}$ ;
- $V_1$ —浸出液取样体积, ml;
- $V_2$ —消解后试样的定容体积, ml。

### 9.4 结果表示

对于固体废物, 当测定结果小于 10 mg/kg 时, 保留小数点后一位; 当测定结果大于或等于 10 mg/kg 时, 保留三位有效数字。

对于固体废物浸出液，当测定结果小于  $10 \mu\text{g}/\text{L}$  时，保留小数点后一位；当测定结果大于或等于  $10 \mu\text{g}/\text{L}$  时，保留三位有效数字。

## 10 精密度和准确度

### 10.1 精密度

六家实验室分别对实际固体废物样品进行了测定，各金属元素的实验室内相对标准偏差为  $0.0\% \sim 41\%$ ，实验室间相对标准偏差为  $3.5\% \sim 44\%$ ，重复性限  $r$  为  $0.2 \text{ mg/kg} \sim 66.1 \text{ mg/kg}$ ，再现性限  $R$  为  $0.4 \text{ mg/kg} \sim 186 \text{ mg/kg}$ 。

六家实验室分别对实际固体废物浸出液样品进行了测定，各元素的实验室内相对标准偏差为  $0.3\% \sim 19\%$ ，实验室间相对标准偏差为  $2.3\% \sim 30\%$ ，重复性限  $r$  为  $0.7 \mu\text{g/L} \sim 117 \mu\text{g/L}$ ，再现性限  $R$  为  $2.3 \mu\text{g/L} \sim 121 \mu\text{g/L}$ 。

### 10.2 准确度

六家实验室分别对固体废物、固体废物浸出液实际样品加标和有证标准物质进行测定。固体废物实际样品实验室内加标回收率为  $75.0\% \sim 125\%$ ，实验室间加标回收率为  $(85.0 \pm 19)\% \sim (111 \pm 24)\%$ 。有证标准物质实验室内相对误差为  $-6.7\% \sim 5.7\%$ ，实验室间相对误差为  $(-2.7 \pm 2.5)\% \sim (1.6 \pm 7.0)\%$ 。

固体废物浸出液的实验室内加标回收率为  $75.5\% \sim 124\%$ ，实验室间加标回收率为  $(84.2 \pm 17)\% \sim (111 \pm 25)\%$ 。有证标准物质实验室内相对误差为  $-55\% \sim 28\%$ ，实验室间相对误差为  $(-46 \pm 20)\% \sim (7.8 \pm 30)\%$ 。

各金属元素的精密度和准确度结果详见附录 C。

## 11 质量保证和质量控制

11.1 每批样品至少应分析 2 个空白试样。空白值应符合下列的情况之一才能被认为是可接受的：(1) 空白值应低于方法检出限；(2) 低于标准限值的 10%；(3) 低于每一批样品最低测定值的 10%。

11.2 每次分析应建立标准曲线，曲线的相关系数应大于 0.999。

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

11.4 在每次分析时，试样中内标的响应值应介于校准曲线响应值的  $70\% \sim 130\%$ ，否则说明仪器发生漂移或有干扰产生，应查找原因后重新分析。如果是基体干扰，需要进行稀释后测定，如果是由于样品中含有内标元素，需要更换内标或提高内标元素浓度。

11.5 在每批样品中，应至少分析一个试剂空白（2%硝酸）加标，其加标回收率应在  $80\% \sim 120\%$  之间。也可以使用有证标准样品代替加标，其测定值应在标准要求的范围内。

11.6 每批样品应至少测定一个基体加标和一个基体重复加标，测定的加标回收率应在  $75\% \sim 125\%$  之间，两个加标样品测定值的偏差在 20% 以内。若不在范围内，应考虑存在基体干扰，可采用稀释样品或增大内标浓度的方法消除干扰。

## 12 废物处理

实验过程中产生的废液和废物，应置于密闭容器中分类保管，委托有资质的单位进行处理。

## 13 注意事项

- 13.1 分析所用器皿均需用 (1+1) HNO<sub>3</sub> 溶液浸泡 24 h 后，用去离子水洗净后方可使用。
  - 13.2 当向消解罐加入酸溶液时，应观察罐内的反应情况，若有剧烈的化学反应，待反应结束后再将消解罐密封。
  - 13.3 对于疑似污染严重的固体废物，首先用半定量分析法扫描样品，确定待测金属元素浓度的高低，避免高浓度样品污染仪器。
  - 13.4 使用微波消解样品时，注意消解罐使用的温度和压力限制，消解前后应检查消解罐密封性。检查方法为：当消解罐加入样品和消解液后，盖紧消解罐并称量（精确到 0.01g），样品消解后待消解罐冷却到室温后，再次称量，记录下每个罐的重量。如果消解后的重量比消解前的重量减少超过 10 %，舍弃该样品，并查找原因。
-

## 附录 A

### (规范性附录)

表 A-1 17 种金属元素的定量离子和监测离子。

表 A-1 17 种金属元素的定量离子、监测离子及推荐使用的内标元素

元素名称	定量离子	监测离子	内标元素	元素名称	定量离子	监测离子	内标元素
银 (Ag)	107	109	<sup>103</sup> Rh	钼 (Mo)	97	95	<sup>103</sup> Rh
砷 (As)	75	—	<sup>103</sup> Rh	镍 (Ni)	60	61, 62	<sup>103</sup> Rh
钡 (Ba)	135	137, 138	<sup>103</sup> Rh	铅 (Pb)	208	207, 206	<sup>209</sup> Bi
铍 (Be)	9	—	<sup>6</sup> Li	锑 (Sb)	123	121	<sup>103</sup> Rh
镉 (Cd)	114	111	<sup>103</sup> Rh	硒 (Se)	82	78, 76, 77	<sup>103</sup> Rh
铬 (Cr)	52	53, 50	<sup>103</sup> Rh	铊 (Tl)	205	203	<sup>103</sup> Rh
钴 (Co)	59	—	<sup>103</sup> Rh	钒 (V)	51	50	<sup>103</sup> Rh
铜 (Cu)	63	65	<sup>103</sup> Rh	锌 (Zn)	66	68, 67	<sup>103</sup> Rh
锰 (Mn)	55	—	<sup>103</sup> Rh				

注：若样品中存在内标元素，可选用 <sup>45</sup>Sc、<sup>74</sup>Ge、<sup>89</sup>Y、<sup>115</sup>In、<sup>185</sup>Re 等其他内标元素。

表 A-2 固体废物和固体废物浸出液中各元素的方法检出限和测定下限。

表 A-2 各元素的方法检出限和测定下限

元素	检出限		测定下限	
	mg/kg (固体废物)	μg/L (固体废物浸出液)	mg/kg (固体废物)	μg/L (固体废物浸出液)
银(Ag)	1.4	2.9	5.6	11.6
砷(As)	0.5	1.0	2.0	4.0
钡(Ba)	0.9	1.8	3.6	7.2
铍(Be)	0.4	0.7	1.6	2.8
镉(Cd)	0.6	1.2	2.4	4.8
铬(Cr)	1.0	2.0	4.0	8.0
钴(Co)	1.1	2.2	4.4	8.8
铜(Cu)	1.2	2.5	4.8	10.0
锰(Mn)	1.8	3.6	7.2	14.4
钼(Mo)	0.8	1.5	3.2	6.0
镍(Ni)	1.9	3.8	7.6	15
铅(Pb)	2.1	4.2	8.4	17
锑(Sb)	1.6	3.2	6.4	13
硒(Se)	0.6	1.3	2.4	5.2
铊(Tl)	0.6	1.3	2.4	5.2
钒(V)	0.6	1.1	2.4	4.4
锌(Zn)	3.2	6.4	12.8	25.6

附录 B  
(资料性附录)

表 B-1 ICP-MS 测定时常用的干扰校正数学方程式。

表 B-1 ICP-MS 测定中常用干扰校正方程

质量数	干扰校正方程
51	[ 51 ]×1 -[53]×3.127 + [ 52 ]×0.353351
75	[ 75 ]×1- [77]×3. 127+ [ 82 ]×2. 548505
82	[ 82 ]×1- [83]×1.009
111	[ 111 ]×1 -[108]×1.073+ [106 ]×0.764
114	[ 114]×1- [118]×0.02311
208	[208 ]×1 +[206]×1 + [207 ]×1

表 B-2 ICP-MS 测定时常见干扰测定的多原子离子。

表 B-2 ICP-MS 测定中常见干扰测定的多原子离子

多原子离子	质量	干扰元素	多原子离子	质量	干扰元素
CO <sub>2</sub> H <sup>+</sup>	45	Sc	<sup>81</sup> ArBr <sup>+</sup>	121	Sb
ArC <sup>+</sup>	52	Cr	<sup>35</sup> ClO <sup>+</sup>	51	V
ArNH <sup>+</sup>	55	Mn	<sup>35</sup> ClOH <sup>+</sup>	52	Cr
<sup>40</sup> Ar <sup>36</sup> Ar <sup>+</sup>	76	Se	<sup>37</sup> ClO <sup>+</sup>	53	Cr
<sup>40</sup> Ar <sup>38</sup> Ar <sup>+</sup>	78	Se	Ar <sup>35</sup> Cl <sup>+</sup>	75	As
<sup>40</sup> Ar <sub>2</sub> <sup>+</sup>	80	Se	<sup>34</sup> SO <sup>+</sup>	50	V、Cr
<sup>81</sup> BrH <sup>+</sup>	82	Se	<sup>34</sup> SOH <sup>+</sup>	51	V
Ar <sup>37</sup> Cl <sup>+</sup>	77	Se	SO <sub>2</sub> <sup>+</sup> , S <sub>2</sub> <sup>+</sup>	64	Zn
<sup>79</sup> BrO <sup>+</sup>	95	Mo	PO <sub>2</sub> <sup>+</sup>	63	Cu
<sup>81</sup> BrO <sup>+</sup>	97	Mo	ArNa <sup>+</sup>	63	Cu
<sup>81</sup> BrOH <sup>+</sup>	98	Mo	TiO	62-66	Ni、Cu、Zn
ZrO	106-112	Ag、Cd	MoO	108-116	Cd

表 B-3 试样消解时推荐的微波消解程序。

表 B-3 推荐微波消解程序

试 样	消解程序
固体废物	10min 升高到 175℃，并在 175℃保持 20min
固体废物浸出液	10 min 内升高到 165℃，并在 165℃保持 10min

## 附录C

### (资料性附录)

六家实验室测定固体废物和固体废物浸出液的精密度和准确度汇总结果见表 C-1 和表 C-2。

**表C-1 固体废物的精密度和准确度**

元素	平均值 (mg/kg)	实验室内相对 标准偏差 (%)	实验室间相 对标准偏差 (%)	重复性限 r (mg/kg)	再现性限 R (mg/kg)	实验室内加 标回收率 P%	实验室间加 标回收率 $p\% \pm 2S_p$
Be	1.6	2.4~9.2	13	0.3	0.6	81.8~115	97.5±29
V	68.6	1.4~6.2	25	7.5	48.5	80.0~108	95.1±23
Cr	48.9	3.3~8.2	14	7.8	20.1	75.3~115	94.9±33
Mn	1792	0.9~2.2	3.5	66.1	186	79.5~113	94.8±24
Co	14.5	0.6~6.3	12	1.7	4.9	89.0~115	103±19
Ni	21.1	1.5~8.5	11	3.2	7.0	90.0~115	100±20
Cu	21.2	2.3~10	13	3.7	8.5	84.8~111	98.5±20
Tl	0.5	0.0~31	39	0.2	0.6	77.6~123	105±41
Zn	688	0.5~5.2	3.5	44.0	78.6	78.1~117	98.5±30
Se	1.0	4.8~28	41	0.3	1.2	81.4~125	99.9±37
Mo	1.4	4.0~25	20	0.6	1.0	85.7~114	102±22
Ag	1.0	6.7~20	18	0.4	0.6	76.0~102	85.0±19
Cd	4.6	1.2~7.3	11	0.7	1.6	75.8~117	97.1±33
Sb	0.2	21~41	44	0.3	0.4	75.0~106	87.0±23
Ba	254	4.1~5.4	11	34.4	85.6	89.7~122	111±24
As	35.8	1.2~5.1	14	3.8	14.1	88.5~114	104±17
Pb	97.0	1.5~4.8	5.1	9.0	16.1	80.5~115	98.8±24

**表C-2 固体废物浸出液的精密度和准确度**

元素	平均值 ( $\mu\text{g/L}$ )	实验室内相对 标准偏差 (%)	实验室间相 对标准偏差 (%)	重复性限 r ( $\mu\text{g/L}$ )	再现性限 R ( $\mu\text{g/L}$ )	实验室内加 标回收率 P%	实验室间加标 回收率 $p\% \pm 2S_p$
Be	17.7	1.0~12	21	3.5	10.8	85.8~115	101±20
V	28.9	0.8~11	20	4.4	17.0	93.6~120	106±22
Cr	30.8	1.0~7.7	16	4.6	14.7	82.2~118	100±25
Mn	898	0.5~11	2.3	117	121	80.9~124	103±33
Co	14.1	0.9~13	20	2.8	8.2	93.6~123	108±23
Ni	199	1.2~11	13	30.6	78.6	77.7~123	96.0±30

Cu	223	2.5~8.8	6.4	30.8	48.6	76.8~121	103±30
Tl	25.6	0.6~8.8	18	3.3	13.5	84.2~123	105±29
Zn	113	1.3~7.5	7.0	12.6	25.1	99.9~110	108±29
Se	5.50	4.6~19	30	1.4	4.8	80.1~107	94.7±22
Mo	16.4	0.3~10	16	2.6	7.9	93.7~119	110±19
Ag	8.70	1.1~11	7.3	1.6	2.3	75.5~97.9	84.2±17
Cd	18.7	0.4~9.0	20	2.5	10.9	76.1~113	96.3±28
Sb	22.4	1.1~9.9	17	3.3	11.2	97.1~117	108±13
Ba	23.7	0.6~14	23	6.8	16.7	87.5~121	111±25
As	5.2	2.5~6.2	30	0.7	4.3	99.9~110	105±8
Pb	90.7	0.5~10	5.7	10.7	17.5	76.9~117	98.6±33