



中华人民共和国国家标准

GB/T 41058—2021

水泥窑协同处置污泥及污染土中 重金属的检测方法

Methods for detecting heavy metals in sludge and contaminated soil
for cement kiln coprocessing

2021-13-31 发布

2022-07-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

目 次

前言	I
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 试验的基本要求	1
5 试剂和材料	2
6 仪器和设备	6
7 试样的制备	6
8 试液的制备	7
9 电感耦合等离子体发射光谱法测定铅、铬、镉、铜、镍、钡、锌、锰、锑、砷、汞、钴、钒、铈	7
10 石墨炉原子吸收分光光度法测定铅、铬、镉、铜、镍、钡	9
11 火焰原子吸收分光光度法测定铅、铬、镉、铜、镍、钡、锌、锰、锑	11
12 原子荧光光谱法测定砷、汞	14
13 催化热解冷原子吸收分光光度法测定汞(基准法)	16
14 方法检出限	18

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国建筑材料联合会提出。

本文件由全国水泥标准化技术委员会(SAC/TC 184)归口。

本文件起草单位：中国建材检验认证集团股份有限公司、天津水泥工业设计研究院有限公司、北京国建联信认证中心有限公司、葛洲坝洁新(武汉)科技有限公司、华新环境工程有限公司、大同冀东水泥有限责任公司、北京金隅琉水环保科技有限公司、浙江南方水泥有限公司、阳泉冀东水泥有限责任公司、山东泰西水泥有限公司、河南省湖波水泥集团有限公司、南京凯盛开能环保能源有限公司、河北金隅鼎鑫水泥有限公司、葛洲坝松滋水泥有限公司、杭州斯曼特建材科技有限公司、陕西声威建材集团有限公司、江苏天瑞仪器股份有限公司、中材国际环境工程(北京)有限公司、华润水泥技术研发有限公司、岛津企业管理(中国)有限公司、冀东水泥铜川有限公司、赞皇金隅水泥有限公司、尧柏特种水泥技术研发有限公司、涑水金隅冀东环保科技有限公司、浙江鸿盛环保科技集团有限公司、广东塔牌集团股份有限公司、安徽珍吴环保科技有限公司、河北鼎星水泥有限公司、阳新娲石水泥有限公司、常山江山虎水泥有限公司、三门峡腾跃同力水泥有限公司、南阳中联卧龙水泥有限公司、德国斯派克分析仪器公司、济源中联水泥有限公司、徐州中联水泥有限公司、登封中联登电水泥有限公司、临沂中联水泥有限公司、北京金隅北水环保科技有限公司、滕州中联水泥有限公司、洛阳中联水泥有限公司、平邑中联水泥有限公司、中洁蓝环保科技有限公司、南阳中联水泥有限公司、山东蓝城分析测试有限公司、青州中联水泥有限公司、杭州山亚南方水泥有限公司、宁夏青铜峡水泥股份有限公司、厦门艾思欧标准砂有限公司、安吉南方水泥有限公司、昆山匹希通检测科技有限公司、中铁建大湾区建设有限公司、河北建材职业技术学院、西安康派斯质量检测有限公司、江山市何家山水泥有限公司、溧阳中材环保有限公司、贵港台泥东园环保科技有限公司、赛默飞世尔科技(中国)有限公司、上海市建筑科学研究院有限公司、陕西富平生态水泥有限公司、北京建筑材料检验研究院有限公司、北京工业大学、新疆天山建筑材料检测有限公司。

本文件主要起草人：鹿晓泉、张庆华、高伟强、郭利、许佳、李叶青、戴平、崔健、王瑞海、唐兴、卢娟娟、刘乔、丁欢、杨宏兵、王加军、张瑞、王雅兰、陈敬、李竹勤、杨忠荣、练礼财、吴存根、曹向东、张格、王琦、寇亚洲、杨柳、林莉、张利娜、石珍明、顾快、许利、肖永锋、王志军、邓国迎、陈广军、李新民、王伟、王涛、郭猛、杨宏宜、刘义、陈俊华、柳玉强、周庆伟、李胜辉、吴德厚、张宾、刘浩、赵小锋、崔文刚、李海宏、祁保全、李丹宏、刘延东、陈成侠、刘树伟、胡龙明、王江根、王庆乐、宋秀玲、匡三浩、聂宝建、潘凤祎、冯延童、王新路、王义春、张全雷、刘东旭、何纪纲、管高伟、李强、邵明静、李亮亮、别建敏、李赛钰、于光民、李保明、石小芳、马兆模、杜小平、吴振国、赵迪、刘旭月、刘亚民、任静怡、段兆辉、顾盛、谢碧辉、周美茹、汪婕、李达、郑钟类、赵旭红、郭彦鹏、杨东方、胡嘉文、张星、韩云婷、邓洋、申前进、葛之萌、王亚丽、马天河。

水泥窑协同处置污泥及污染土中 重金属的检测方法

1 范围

本文件规定了水泥窑协同处置污泥及污染土中重金属(包括铅、铬、镉、铜、镍、钡、锌、锰、锑、砷、汞、钴、钒和铋)的测定方法。如果某元素注明基准法,当有争议时以基准法为准。

本文件适用于水泥窑协同处置污泥及污染土和指定采用本文件的其他材料中重金属的检测。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

JJG 196 常用玻璃量器检定规程

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

污泥 **sludge**

在污水处理过程中产生的半固态或固态物质。

3.2

污染土 **contaminated soil**

因废弃物无组织的排放或排放系统失效,使其渗入土层,导致土的物理、力学、化学性质发生变化,直接影响工程活动或有害于人类健康、动物繁衍、植物生长的土。

4 试验的基本要求

4.1 试验次数与要求

每一项测定的试验次数规定为两次,用两次试验结果的平均值表示测定结果。

4.2 空白试验

不加入试样,按照相同的测试条件,对得到的测定结果进行校正。

4.3 质量、体积和结果的表示

质量用克(g)表示,精确至0.000 1 g。移液管、容量瓶的体积用毫升(mL)表示,符合JJG 196的A

级容量允差要求。

分析结果均以毫克每千克(mg/kg)或微克每千克($\mu\text{g}/\text{kg}$)计,当结果大于或等于 0.01 时,结果保留三位有效数字;当结果小于 0.01 时,结果保留两位有效数字。

数值的修约按 GB/T 8170 进行。

5 试剂和材料

5.1 通则

除另有说明外,所用试剂不低于优级纯。所用水应不低于 GB/T 6682 中规定的二级水的要求。本文件所列市售浓液体试剂的密度指 20 °C 的密度(ρ),单位为克每立方厘米(g/cm^3)。

在化学分析中,所用酸,凡未注浓度者均指市售的浓酸。

用体积比表示试剂稀释程度,例如:盐酸(3+97)表示 3 份体积的浓盐酸与 97 份体积的水相混合。

配制被测元素的标准储备液可采用高纯度金属(纯度不小于 99.99%)或相应金属盐类(基准试剂或高纯度试剂)进行配制,也可以使用有证标准样品/标准物质。

注:有证标准样品指采用计量学上有效程序测定的一种或多种规定特性的标准样品,并附有证书提供规定特性值及其不确定度和计量溯源性的陈述。

5.2 盐酸(HCl)

$1.18 \text{ g}/\text{cm}^3 \sim 1.19 \text{ g}/\text{cm}^3$,质量分数为 36%~38%。

5.3 硝酸(HNO_3)

$1.39 \text{ g}/\text{cm}^3 \sim 1.41 \text{ g}/\text{cm}^3$,质量分数为 65%~68%。

5.4 氢氟酸(HF)

$1.15 \text{ g}/\text{cm}^3 \sim 1.18 \text{ g}/\text{cm}^3$,质量分数为 40%。

5.5 高氯酸(HClO_4)

$1.60 \text{ g}/\text{cm}^3$,质量分数为 70%~72%。

5.6 盐酸溶液

盐酸(1+1)、盐酸(3+97)。

5.7 硝酸溶液

硝酸(1+1)、硝酸(1+99)、硝酸(3+97)。

5.8 氢氧化钠溶液(40 g/L)

将 4 g 氢氧化钠(NaOH)溶于 100 mL 水中。

5.9 重铬酸钾 硝酸溶液(0.5 g/L)

称取 0.5 g 重铬酸钾($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$)溶于水中,加入 50 mL 硝酸,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。

5.10 硼酸饱和溶液

将硼酸(H_3BO_3)加入常温水中,用玻璃棒不断搅拌,直至硼酸不再溶解。

5.11 磷酸氢二铵溶液(50 g/L)

将 5 g 磷酸氢二铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4]$,溶于 100 mL 水中。

5.12 氯化钾溶液(38 g/L)

将 3.8 g 氯化钾(KCl)溶于 100 mL 水中。

5.13 氯化钠溶液(50 g/L)

将 5 g 氯化钠(NaCl)溶于 100 mL 水中。

5.14 氧化镧溶液(50 g/L)

称取 29 g 氧化镧(La_2O_3)于 500 mL 烧杯中,加少量水湿润,在不断搅拌下缓缓加入 250 mL 盐酸,溶解后用水稀释至 500 mL。此溶液每升含 50 g 镧。

5.15 硫脲 抗坏血酸混合溶液

称取 5 g 硫脲($\text{CH}_4\text{N}_2\text{S}$)、5 g 抗坏血酸($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$),溶于 100 mL 水中。此溶液现用现配。

5.16 硼氢化钾溶液(10 g/L)

将 0.5 g 氢氧化钾(KOH)溶于 100 mL 水中,加入 1 g 硼氢化钾(KBH_4),搅拌溶解。此溶液现用现配。

5.17 硼氢化钾溶液(1 g/L)

将 0.5 g 氢氧化钾(KOH)溶于 100 mL 水中,加入 0.1 g 硼氢化钾(KBH_4),搅拌溶解。此溶液现用现配。

5.18 铅标准储备液(1.000 mg/mL)

称取 1.600 0 g 硝酸铅 $[\text{Pb}(\text{NO}_3)_2]$,精确至 0.000 1 g,用 10 mL 硝酸(1+99)溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。

5.19 铬标准储备液(1.000 mg/mL)

称取 2.828 8 g 已在 150 °C~180 °C 烘过 2 h 的重铬酸钾($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$),精确至 0.000 1 g,溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。

5.20 镉标准储备液(1.000 mg/mL)

称取 1.000 0 g 金属镉,精确至 0.000 1 g,溶于 40 mL 硝酸(1+1)中,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。

5.21 铜标准储备液(1.000 mg/mL)

称取 1.242 8 g 已在 105 °C~110 °C 烘过 2 h 的氧化铜(CuO),精确至 0.000 1 g,溶解于 25 mL 硝

酸(1+1)中,加热溶解后,移入1 000 mL容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。

5.22 镍标准储备液(1.000 mg/mL)

称取1.272 6 g已在105 °C~110 °C烘干2 h的氧化镍(NiO),精确至0.000 1 g,溶解于20 mL硝酸(1+1)中,加热溶解,移入1 000 mL容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。

5.23 钡标准储备液(1.000 mg/mL)

称取1.437 0 g已在105 °C~110 °C烘过2 h的碳酸钡(BaCO₃),精确至0.000 1 g,溶于10 mL盐酸(1+1)中,加热煮沸除去二氧化碳,冷却后移入1 000 mL容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。

5.24 锌标准储备液(1.000 mg/mL)

称取1.244 9 g氧化锌(ZnO),精确至0.000 1 g,溶解于20 mL盐酸(1+1)中,加热溶解,移入1 000 mL容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。

5.25 锰标准储备液(1.000 mg/mL)

称取2.748 5 g已于250 °C烘过2 h的无水硫酸锰(MnSO₄)溶于水,精确至0.000 1 g,加入20 mL硝酸(1+1),溶解后移入1 000 mL容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。

5.26 锶标准储备液(1.000 mg/mL)

称取1.684 9 g已在105 °C~110 °C烘过2 h的碳酸锶(SrCO₃),精确至0.000 1 g,加入10 mL盐酸(1+1),加热煮沸除去二氧化碳,冷却后移入1 000 mL容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。

5.27 砷标准储备液(1.000 mg/mL)

称取1.320 0 g已在105 °C~110 °C烘过2 h的三氧化二砷(As₂O₃),精确至0.000 1 g,溶于10 mL氢氧化钠溶液(5.8)中,溶解后移入1 000 mL容量瓶中,用盐酸(3+97)稀释至标线,摇匀。

5.28 汞标准储备液(1.000 mg/mL)

称取1.354 0 g经硅胶干燥器干燥24 h的氯化汞(HgCl₂),精确至0.000 1 g,溶于重铬酸钾 硝酸溶液(5.9)中,移入1 000 mL容量瓶中,并用重铬酸钾 硝酸溶液(5.9)稀释至标线,摇匀。

5.29 钴标准储备液(1.000 mg/mL)

称取1.000 0 g金属钴,精确至0.000 1 g,用50 mL硝酸(1+1)加热溶解,冷却后移入1 000 mL容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。

5.30 钒标准储备液(1.000 mg/mL)

称取1.000 0 g金属钒,用30 mL水加热溶解,精确至0.000 1 g,浓缩至近干,加入20 mL盐酸冷却后移入1 000 mL容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。

5.31 铈标准储备液(1.000 mg/mL)

称取1.000 0 g金属铈,精确至0.000 1 g,用50 mL硝酸(1+1)加热溶解,冷却后移入1 000 mL容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。

5.32 铅标准使用液(100 µg/L)

临用前将铅标准储备液(5.18)用硝酸溶液(1+99)逐级稀释配制。

5.33 铬标准使用液(100 µg/L)

临用前将铬标准储备液(5.19)用硝酸溶液(1+99)逐级稀释配制。

5.34 镉标准使用液(25 µg/L)

临用前将镉标准储备液(5.20)用硝酸溶液(1+99)逐级稀释配制。

5.35 铜标准使用液(25 µg/L)

临用前将铜标准储备液(5.21)用硝酸溶液(1+99)逐级稀释配制。

5.36 镍标准使用液(400 µg/L)

临用前将镍标准储备液(5.22)用硝酸溶液(1+99)逐级稀释配制。

5.37 钡标准使用液(1 000 µg/L)

临用前将钡标准储备液(5.23)用硝酸溶液(1+99)逐级稀释配制。

5.38 铅标准使用液(5.0 mg/L)

临用前将铅标准储备液(5.18)用硝酸溶液(1+99)逐级稀释配制。

5.39 铬标准使用液(5.0 mg/L)

临用前将铬标准储备液(5.19)用硝酸溶液(1+99)逐级稀释配制。

5.40 镉标准使用液(5.0 mg/L)

临用前将镉标准储备液(5.20)用硝酸溶液(1+99)逐级稀释配制。

5.41 铜标准使用液(5.0 mg/L)

临用前将铜标准储备液(5.21)用硝酸溶液(1+99)逐级稀释配制。

5.42 镍标准使用液(5.0 mg/L)

临用前将镍标准储备液(5.22)用硝酸溶液(1+99)逐级稀释配制。

5.43 钡标准使用液(5.0 mg/L)

临用前将钡标准储备液(5.23)用硝酸溶液(1+99)逐级稀释配制。

5.44 锌标准使用液(5.0 mg/L)

临用前将锌标准储备液(5.24)用硝酸溶液(1+99)逐级稀释配制。

5.45 锰标准使用液(10.0 mg/L)

临用前将锰标准储备液(5.25)用硝酸溶液(1+99)逐级稀释配制。

5.46 镉标准使用液(10.0 mg/L)

临用前将镉标准储备液(5.26)用水逐级稀释配制。

5.47 砷标准使用液(100 μg/L)

临用前将砷标准储备液(5.27)用盐酸(3+97)逐级稀释配制。

5.48 汞标准使用液(20 μg/L)

临用前将汞标准储备液(5.28)用重铬酸钾-硝酸溶液(5.9)逐级稀释配制。

5.49 铈标准使用液(100 μg/L)

将铈标准储备液(5.31)用盐酸溶液(3+97)逐级稀释配制。

6 仪器和设备

6.1 分析天平

精确至 0.000 1 g。

6.2 电感耦合等离子体发射光谱仪

能够检测不同元素的原子激发或电离时发射出的特征光谱。

6.3 原子吸收分光光度计

配有火焰、石墨炉原子化器,并配有铅、镉、铬、铜、镍、钡、锌、锰、镱空心阴极灯。

6.4 原子荧光光谱仪

配有砷、汞空心阴极灯。

6.5 测汞仪

配备样品舟、燃烧催化炉、齐化管、解吸炉和冷原子吸收分光光度计。

6.6 微波消解仪

具有温度控制和程序升温功能。配备微波能够透过、耐腐蚀的惰性材料制成的罐(如聚四氟乙烯消解罐)。

6.7 赶酸仪

具有温度控制的功能。

6.8 温控电热板

最高温度可设定至 200 ℃。

7 试样的制备

通过抽样及多点取样法对水泥窑协同处置污泥及污染土进行取样,送往实验室的样品应是具有代

表性的均匀样品。样品在不超过 45 ℃ 下烘干至恒量,连续烘干 1 h 后试样质量变化不大于 0.1%,采用四分法或缩分器将试样缩分至 50 g~200 g,经过研磨后使其全部通过孔径为 150 μm 方孔筛,充分混匀,装入试样瓶中,密封保存,供测定用。

制备试样过程中应避免试样被污染。

制备试样过程中,实验人员应做好个人防护,防止可能产生的有毒气体或粉尘危害人体。

8 试液的制备

8.1 试样溶液的制备(测定元素不包括砷、汞)

称取 0.2 g 试样(m_1),精确至 0.000 1 g,置于铂金皿或聚四氟乙烯烧杯中,加少量水润湿,摇动并使试样分散,加入 10 mL~15 mL 氢氟酸和 1 mL 高氯酸,将铂金皿放在通风橱的电热板(6.8)上,不超过 200 ℃ 低温加热,以防溅失,蒸发至白烟冒尽,近干后冷却。加入 4 mL 盐酸,温热 3 min~4 min,加入 20 mL 水,继续加热浸取 15 min~20 min,冷却,用快速滤纸过滤,用热水洗涤,滤液及洗液收集于 100 mL 容量瓶中(V_1),用水稀释至标线,摇匀。氢氟酸及高氯酸的用量可视溶解情况调整。

8.2 试样溶液的制备(测定全部元素)

称取 0.2 g 试样(m_1),精确至 0.000 1 g,置于消解罐中,加入 5 mL~10 mL 水润湿,使试样分散,依次加入 6 mL 盐酸、2 mL 硝酸、2 mL 氢氟酸,摇动,待反应结束后将消解罐密封,置于微波消解仪(6.6)中,安装固定后加热至 180 ℃,保温 30 min。待罐内温度降至室温后在通风橱中取出,缓慢泄压放气,打开消解罐盖。加入 12 mL 硼酸饱和溶液(5.10),放入已升温至 90 ℃~150 ℃ 的赶酸仪(6.7)中继续保温 20 min~30 min,然后用快速滤纸过滤消解后的溶液,用热水洗涤,滤液及洗液收集于 100 mL 容量瓶中(V_1),用水稀释至标线,摇匀。消解所用酸的种类和用量可视消解情况调整。

9 电感耦合等离子体发射光谱法测定铅、铬、镉、铜、镍、钡、锌、锰、锶、砷、汞、钴、钒、铈

9.1 方法提要

试样采用氢氟酸-高氯酸分解,盐酸浸取的方法,或者经盐酸、硝酸、氢氟酸微波消解后,试样溶液中的铅、铬、镉、铜、镍、钡、锌、锰、锶、砷、汞、钴、钒、铈采用电感耦合等离子体发射光谱法进行测定。各元素均能发射特征光谱,特征谱线的强度与溶液中的离子浓度成正比,从而测定试样中的上述元素的含量。

9.2 工作曲线

9.2.1 系列标准溶液的配制

9.2.1.1 混合标准溶液(50 mg/L)

分别准确移取 50 mL 铅标准储备液(5.18)、50 mL 铬标准储备液(5.19)、50 mL 镉标准储备液(5.20)、50 mL 铜标准储备液(5.21)、50 mL 镍标准储备液(5.22)、50 mL 钡标准储备液(5.23)、50 mL 锌标准储备液(5.24)、50 mL 锰标准储备液(5.25)、50 mL 锶标准储备液(5.26)、50 mL 钴标准储备液(5.29)、50 mL 钒标准储备液(5.30)至 1 000 mL 容量瓶中,用硝酸(3+97)稀释至标线,摇匀。此标液中含 Pb、Cr、Cd、Cu、Ni、Ba、Zn、Mn、Sr、Co、V 为 50 mg/L。

9.2.1.2 混合标准溶液(25 mg/L)

分别准确移取 25 mL 铅标准储备液(5.18)、25 mL 铬标准储备液(5.19)、25 mL 镉标准储备液(5.20)、25 mL 铜标准储备液(5.21)、25 mL 镍标准储备液(5.22)、25 mL 钡标准储备液(5.23)、25 mL 锌标准储备液(5.24)、25 mL 锰标准储备液(5.25)、25 mL 镉标准储备液(5.26)、25 mL 钴标准储备液(5.29)、25 mL 钒标准储备液(5.30)至 1 000 mL 容量瓶中,用硝酸(3+97)稀释至标线,摇匀。此标液中含 Pb、Cr、Cd、Cu、Ni、Ba、Zn、Mn、Sr、Co、V 为 25 mg/L。

9.2.1.3 混合标准溶液(10 mg/L)

准确移取 100 mL 混合标准溶液(9.2.1.1)至 500 mL 容量瓶中,用硝酸(3+97)稀释至标线,摇匀。此标液中含 Pb、Cr、Cd、Cu、Ni、Ba、Zn、Mn、Sr、Co、V 为 10 mg/L。

9.2.1.4 混合标准溶液(1 mg/L)

准确移取 50 mL 混合标准溶液(9.2.1.3)至 500 mL 容量瓶中,用硝酸(3+97)稀释至标线,摇匀。此标液中含 Pb、Cr、Cd、Cu、Ni、Ba、Zn、Mn、Sr、Co、V 为 1 mg/L。

9.2.1.5 混合标准溶液(0.1 mg/L)

准确移取 50 mL 混合标准溶液(9.2.1.4)至 500 mL 容量瓶中,用硝酸(3+97)稀释至标线,摇匀。此标液中含 Pb、Cr、Cd、Cu、Ni、Ba、Zn、Mn、Sr、Co、V 为 0.1 mg/L。

9.2.1.6 砷、汞和铈标准溶液(100 mg/L)

准确移取砷标准储备液(5.27)、汞标准储备液(5.28)和铈标准储备液(5.31)各 50 mL 至 500 mL 容量瓶中,用盐酸(3+97)溶液稀释至标线,摇匀。

9.2.1.7 砷、汞和铈标准溶液(10 mg/L)

准确移取砷、汞和铈标准溶液(9.2.1.6)各 50 mL 至 500 mL 容量瓶中,用盐酸(3+97)溶液稀释至标线,摇匀。

9.2.1.8 砷、汞和铈标准溶液(5 mg/L)

准确移取砷、汞和铈标准溶液(9.2.1.6)各 25 mL 至 500 mL 容量瓶中,用盐酸(3+97)溶液稀释至标线,摇匀。

9.2.1.9 砷、汞和铈标准溶液(1 mg/L)

准确移取砷、汞和铈标准溶液(9.2.1.7)各 50 mL 至 500 mL 容量瓶中,用盐酸(3+97)溶液稀释至标线,摇匀。

9.2.1.10 砷、汞和铈标准溶液(0.1 mg/L)

准确移取砷、汞和铈标准溶液(9.2.1.9)各 50 mL 至 500 mL 容量瓶中,用盐酸(3+97)溶液稀释至标线,摇匀。

9.2.2 工作曲线的测定

按照仪器性能调节仪器至最佳工作参数,待仪器工作稳定后,由低到高浓度顺次测定标准溶液的强度。混合标准溶液中的元素种类以及配制方法可根据实际需要调整。以标准溶液的质量浓度(以mg/L计)为横坐标,以相应的强度值为纵坐标,绘制工作曲线。工作曲线的测定也可使用单元素标准储备液经逐级稀释配制的不同质量浓度的单元素标准溶液。标准曲线的质量浓度范围可根据测定实际需要进行调整。

9.3 分析步骤

按照工作曲线测定中仪器的条件(9.2.2)测定试样溶液(8.1或8.2)的强度,在工作曲线中查出试样溶液质量浓度(C_1)。

按照工作曲线测定中仪器的条件(9.2.2)测定相应空白溶液的强度,并在工作曲线中查出空白溶液质量浓度(C_{01})。

9.4 结果的计算和表示

试样中铅、铬、镉、铜、镍、钡、锌、锰、锶、砷、汞、钴、钒、铈含量以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{(C_1 - C_{01}) \times V_1}{m_1} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- w —— 试样中铅、铬、镉、铜、镍、钡、锌、锰、锶、砷、汞、钴、钒、铈的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- C_1 —— 在校准曲线上查得的试样溶液中铅、铬、镉、铜、镍、钡、锌、锰、锶、砷、汞、钴、钒、铈的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- C_{01} —— 在校准曲线上查得的空白溶液中铅、铬、镉、铜、镍、钡、锌、锰、锶、砷、汞、钴、钒、铈的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- V_1 —— 溶液的体积,单位为升(L);
- m_1 —— 试样的质量,单位为克(g)。

10 石墨炉原子吸收分光光度法测定铅、铬、镉、铜、镍、钡

10.1 方法提要

试样采用氢氟酸-高氯酸分解,盐酸浸取的方法,或者经盐酸、硝酸、氢氟酸微波消解后,采用石墨炉原子吸收分光光度法测定铅、铬、镉、铜、镍、钡。试液注入石墨炉中,经过预先设定的干燥、灰化、原子化等升温程序使共存基体成分蒸发除去,同时在原子化阶段的高温下铅、铬、镉、铜、镍、钡化合物离解为基态原子蒸气,并对空心阴极灯发射的特征谱线产生选择性吸收,在选择的最佳测定条件下,通过背景扣除测定试液中铅、铬、镉、铜、镍和钡的吸光度。

10.2 仪器参数

不同型号的仪器最佳测试条件不同,可根据仪器使用说明书自行选择。仪器参数可参考表1。

表 1 测定铅、铬、镉、铜、镍、钡的仪器参数

元素	铅	铬	镉	铜	镍	钡
测定波长 nm	217.0	357.9	228.8	324.8	232.0	553.6
带宽 nm	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3
灯电流 mA	8	12	6	8	6	6
干燥 ℃/s	120/30	120/30	120/30	120/30	120/30	120/30
灰化 ℃/s	700/20	900/20	900/20	800/20	1 400/20	1 100/30
原子化 ℃/s	2 000/5	2 050/5	1 800/5	2 300/5	2 400/5	2 600/5
氩气流量 L/min	2	2	2	2	2	2
进样量 μL	10	10	10	10	10	10

10.3 工作曲线

10.3.1 系列标准溶液的配制

10.3.1.1 铅系列标准溶液

分别移取铅的标准使用液(5.32)0 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、25.00 mL于6个50 mL容量瓶中,用硝酸(3+97)稀释至标线,摇匀。铅标准溶液系列铅质量浓度分别为:0 μg/L、2.00 μg/L、4.00 μg/L、10.00 μg/L、20.00 μg/L、50.00 μg/L。如有需要,加入基体改进剂磷酸氢二铵溶液(5.11)。标准曲线的质量浓度范围可根据测定实际需要进行调整。

10.3.1.2 铬系列标准溶液

分别移取铬的标准使用液(5.33)0 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL于5个50 mL容量瓶中,用硝酸(3+97)稀释至标线,摇匀。铬标准溶液系列铬质量浓度分别为:0 μg/L、2.00 μg/L、4.00 μg/L、10.00 μg/L、20.00 μg/L。标准曲线的质量浓度范围可根据测定实际需要进行调整。

10.3.1.3 镉系列标准溶液

分别移取镉的标准使用液(5.34)0 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL于5个50 mL容量瓶中,用硝酸(3+97)稀释至标线,摇匀。镉标准溶液系列镉质量浓度分别为:0 μg/L、0.50 μg/L、1.00 μg/L、2.50 μg/L、5.00 μg/L。如有需要,加入基体改进剂磷酸氢二铵溶液(5.11)。标准曲线的质量浓度范围可根据测定实际需要进行调整。

10.3.1.4 铜系列标准溶液

分别移取铜的标准使用液(5.35)0 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL于5个50 mL容量瓶中,用硝酸(3+97)稀释至标线,摇匀。铜标准溶液系列铜质量浓度分别为:0 $\mu\text{g/L}$ 、0.50 $\mu\text{g/L}$ 、1.00 $\mu\text{g/L}$ 、2.50 $\mu\text{g/L}$ 、5.00 $\mu\text{g/L}$ 。标准曲线的质量浓度范围可根据测定实际需要进行调整。

10.3.1.5 镍系列标准溶液

分别移取镍的标准使用液(5.36)0 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL于5个50 mL容量瓶中,用硝酸(3+97)稀释至标线,摇匀。镍标准溶液系列镍质量浓度分别为:0 $\mu\text{g/L}$ 、8.00 $\mu\text{g/L}$ 、16.00 $\mu\text{g/L}$ 、40.00 $\mu\text{g/L}$ 、80.00 $\mu\text{g/L}$ 。标准曲线的质量浓度范围可根据测定实际需要进行调整。

10.3.1.6 钡系列标准溶液

分别移取钡的标准使用液(5.37)0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL于6个100 mL容量瓶内,用硝酸(3+97)稀释至标线,摇匀。钡标准溶液系列钡质量浓度分别为:0 $\mu\text{g/L}$ 、10.00 $\mu\text{g/L}$ 、20.00 $\mu\text{g/L}$ 、40.00 $\mu\text{g/L}$ 、60.00 $\mu\text{g/L}$ 、80.00 $\mu\text{g/L}$ 。标准曲线的质量浓度范围可根据测定实际需要进行调整。

10.3.2 工作曲线的测定

按照仪器性能调节仪器至最佳工作条件,由低到高浓度顺次测定标准溶液的吸光度。以标准溶液的质量浓度(以 $\mu\text{g/L}$ 计)为横坐标,以相应的吸光度值为纵坐标,绘制工作曲线。

10.4 分析步骤

按照工作曲线测定中仪器的条件(10.2)测定试样溶液(8.1或8.2)的吸光度,在工作曲线中查出试样溶液质量浓度(C_2)。

按照工作曲线测定中仪器的条件(10.2)测定相应空白溶液的吸光度,并在工作曲线中查出空白溶液质量浓度(C_{02})。

10.5 结果的计算和表示

试样中铅、铬、镉、铜、镍、钡含量以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(2)计算:

$$w = \frac{(C_2 - C_{02}) \times V_1}{m_1} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

w —— 试样中铅、铬、镉、铜、镍、钡的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

C_2 —— 在校准曲线上查得的试样溶液中铅、铬、镉、铜、镍、钡的质量浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

C_{02} —— 在校准曲线上查得的空白溶液中铅、铬、镉、铜、镍、钡的质量浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

V_1 —— 溶液的体积,单位为升(L);

m_1 —— 试样的质量,单位为克(g)。

11 火焰原子吸收分光光度法测定铅、铬、镉、铜、镍、钡、锌、锰、锶

11.1 方法提要

试样采用氢氟酸-高氯酸分解,盐酸浸取的方法,或者经盐酸、硝酸、氢氟酸微波消解后,采用火焰原

子吸收分光光度法测定铅、铬、镉、铜、镍、钡、锌、锰、锶。待测溶液处理后,被吸入空气-乙炔火焰,在火焰中形成的元素基态原子蒸气对空心阴极灯发射的特征谱线产生选择性吸收,在选择的最佳测定条件下,测定试液中铅、铬、镉、铜、镍、钡、锌、锰、锶的吸光度。

11.2 仪器参数

不同型号的仪器最佳测试条件不同,可根据仪器使用说明书自行选择。仪器参数可参考表2。

表2 测定铅、铬、镉、铜、镍、钡、锌、锰、锶的仪器参数

元素	铅	铬	镉	铜	镍	钡	锌	锰	锶
测定波长 nm	283.3	357.9	228.8	324.8	232.0	553.5	213.9	279.5	460.7
带宽 nm	0.7	0.7	0.7	0.7	0.2	0.7	0.7	0.2	0.7
灯电流 mA	10	10	8	6	12	16	8	2	8
火焰性质	氧化性	氧化性	氧化性	氧化性	氧化性	氧化性	氧化性	氧化性	氧化性

11.3 工作曲线

11.3.1 系列标准溶液的配制

11.3.1.1 铅系列标准溶液

分别移取铅的标准使用液(5.38)0 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL于5个50 mL容量瓶中,用硝酸(3+97)稀释至标线,摇匀。铅系列标准溶液质量浓度分别为:0 mg/L、0.10 mg/L、0.20 mg/L、0.50 mg/L、1.00 mg/L。标准曲线的质量浓度范围可根据测定实际需要进行调整。

11.3.1.2 铬系列标准溶液

分别移取铬的标准使用液(5.39)0 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL于5个50 mL容量瓶中,用硝酸(3+97)稀释至标线,摇匀。铬系列标准溶液质量浓度分别为:0 mg/L、0.10 mg/L、0.20 mg/L、0.50 mg/L、1.00 mg/L。标准曲线的质量浓度范围可根据测定实际需要进行调整。

11.3.1.3 镉系列标准溶液

分别移取镉的标准使用液(5.40)0 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL于5个50 mL容量瓶中,用硝酸(3+97)稀释至标线,摇匀。镉系列标准溶液质量浓度分别为:0 mg/L、0.10 mg/L、0.20 mg/L、0.50 mg/L、1.00 mg/L。标准曲线的质量浓度范围可根据测定实际需要进行调整。

11.3.1.4 铜系列标准溶液

分别移取铜的标准使用液(5.41)0 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL于5个50 mL容量瓶中,用硝酸(3+97)稀释至标线,摇匀。铜系列标准溶液质量浓度分别为:0 mg/L、0.10 mg/L、0.20 mg/L、0.50 mg/L、1.00 mg/L。标准曲线的质量浓度范围可根据测定实际需要进行调整。

11.3.1.5 镍系列标准溶液

分别移取镍的标准使用液(5.42)0 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL于5个50 mL容量瓶中,用硝酸(3+97)稀释至标线,摇匀。镍系列标准溶液质量浓度分别为:0 mg/L、0.10 mg/L、0.20 mg/L、0.50 mg/L、1.00 mg/L。标准曲线的质量浓度范围可根据测定实际需要进行调整。

11.3.1.6 钡系列标准溶液

分别移取钡的标准使用液(5.43)0 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL于5个50 mL容量瓶中,用硝酸(3+97)稀释至标线,摇匀。钡系列标准溶液质量浓度分别为:0 mg/L、0.10 mg/L、0.20 mg/L、0.50 mg/L、1.00 mg/L。标准曲线的质量浓度范围可根据测定实际需要进行调整。

11.3.1.7 锌系列标准溶液

分别移取锌的标准使用液(5.44)0 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL于5个50 mL容量瓶中,用硝酸(3+97)稀释至标线,摇匀。锌系列标准溶液质量浓度分别为:0 mg/L、0.10 mg/L、0.20 mg/L、0.50 mg/L、1.00 mg/L。标准曲线的质量浓度范围可根据测定实际需要进行调整。

11.3.1.8 锰系列标准溶液

分别移取锰的标准使用液(5.45)0 mL、1.00 mL、2.50 mL、5.00 mL、10.00 mL于5个50 mL容量瓶中,用硝酸(3+97)稀释至标线,摇匀。锰系列标准溶液质量浓度分别为:0 mg/L、0.20 mg/L、0.50 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L。标准曲线的质量浓度范围可根据测定实际需要进行调整。

11.3.1.9 锶系列标准溶液

分别移取锶的标准使用液(5.46)0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.50 mL、5.00 mL、10.00 mL、25.00 mL于7个50 mL容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。必要时加入2 mL氯化钾溶液(5.12)或2 mL氯化钠溶液(5.13)或2 mL氧化镧溶液(5.14)消除干扰。锶系列标准溶液质量浓度分别为:0 mg/L、0.10 mg/L、0.20 mg/L、0.50 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L、5.00 mg/L。标准曲线的质量浓度范围可根据测定实际需要进行调整。

11.3.2 工作曲线的测定

按照仪器性能调节仪器至最佳工作参数,按浓度由低到高的顺序测定标准溶液的吸光度。以标准溶液的质量浓度(以mg/L计)为横坐标,以相应的吸光度值为纵坐标,绘制工作曲线。

11.4 分析步骤

11.4.1 测定铅、铬、镉、铜、镍、钡、锌、锰、锶试样溶液的处理

11.4.1.1 测定铅、铬、镉、铜、镍、钡、锌、锰的试样溶液处理

直接测定试样溶液(8.1或8.2)。

11.4.1.2 测定锶的试样溶液处理

移取10.00 mL试样溶液(8.1或8.2)至50 mL容量瓶中,必要时加入2 mL氯化钾溶液(5.12)或2 mL氯化钠溶液(5.13)或2 mL氧化镧溶液(5.14)抑制锶的电离,用水稀释至标线,摇匀。

11.4.2 空白溶液的处理

按照测定试样处理(11.4.1)中的步骤,对空白溶液进行处理。

11.4.3 试样的测定

按照工作曲线测定中仪器的条件(11.2)测定试样溶液(11.4.1)的吸光度,在工作曲线中查出试样溶液的质量浓度(C_3 或 C_4)。

按照工作曲线测定中仪器的条件(11.2)测定空白溶液(11.4.2)的吸光度,在工作曲线中查出空白溶液的质量浓度(C_{03} 或 C_{04})。

11.5 结果的计算和表示

11.5.1 试样中铅、铬、镉、铜、镍、钡、锌、锰的含量,按式(3)计算:

$$w = \frac{(C_3 - C_{03}) \times V_1}{m_1} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

w —— 试样中铅、铬、镉、铜、镍、钡、锌、锰的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

C_3 —— 在校准曲线上查得的试样溶液中铅、铬、镉、铜、镍、钡、锌、锰的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

C_{03} —— 在校准曲线上查得的空白溶液中铅、铬、镉、铜、镍、钡、锌、锰的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V_1 —— 溶液的体积,单位为升(L);

m_1 —— 试样的质量,单位为克(g)。

11.5.2 试样中锑的含量,按式(4)计算:

$$w = \frac{(C_4 - C_{04}) \times V_1 \times 5}{m_1} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

w —— 试样中锑的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

C_4 —— 在校准曲线上查得的试样溶液中锑的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

C_{04} —— 在校准曲线上查得的空白溶液中锑的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V_1 —— 溶液的体积,单位为升(L);

m_1 —— 试样的质量,单位为克(g);

5 —— 稀释倍数。

12 原子荧光光谱法测定砷、汞

12.1 方法提要

试样经盐酸、硝酸、氢氟酸微波消解后,采用原子荧光光谱法测定砷、汞。在硼氢化钾还原作用下,试样中的各元素被还原成原子态,在氩氢火焰中形成基态原子,在元素灯(砷、汞)发射光的激发下,产生原子荧光,原子荧光强度值与试验溶液中砷、汞的浓度成正比。

12.2 仪器参数

不同型号的仪器最佳测试条件不同,可根据仪器使用说明书自行选择。仪器参数可参考表3。

表 3 测定砷、汞的仪器参数

元素	负高压 V	灯电流 mA	原子化器温度 ℃	载气流 mL/min	屏蔽气流量 mL/min
砷	230~300	15~40	200	300~400	800~1 000
汞	230~280	15~40	200	300~400	800~1 000

12.3 工作曲线

12.3.1 系列标准溶液的配制

12.3.1.1 砷系列标准溶液

分别移取砷标准使用液(5.47)0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、5.00 mL于6个50 mL容量瓶中,各加入硫脲-抗坏血酸混合溶液(5.15)10 mL,用盐酸(3+97)稀释至标线,摇匀。砷标准溶液系列砷质量浓度分别为:0 $\mu\text{g/L}$ 、1.00 $\mu\text{g/L}$ 、2.00 $\mu\text{g/L}$ 、4.00 $\mu\text{g/L}$ 、8.00 $\mu\text{g/L}$ 、10.00 $\mu\text{g/L}$ 。标准曲线的质量浓度范围可根据测定实际需要进行调整。

12.3.1.2 汞系列标准溶液

分别移取汞标准使用液(5.48)0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、2.50 mL于5个50 mL容量瓶中,各加入重铬酸钾-硝酸溶液(5.9)5 mL,用盐酸(3+97)稀释至标线,摇匀。汞标准溶液系列汞质量浓度分别为:0 $\mu\text{g/L}$ 、0.20 $\mu\text{g/L}$ 、0.40 $\mu\text{g/L}$ 、0.80 $\mu\text{g/L}$ 、1.00 $\mu\text{g/L}$ 。标准曲线的质量浓度范围可根据测定实际需要进行调整。

12.3.2 工作曲线的测定

12.3.2.1 砷工作曲线

按照仪器性能调节仪器至最佳工作条件,以盐酸(3+97)为载流液、硼氢化钾溶液(5.16)为还原剂,由低到高浓度顺次测定砷标准溶液的荧光强度。以标准溶液的质量浓度(以 $\mu\text{g/L}$ 计)为横坐标,以相应的荧光强度值为纵坐标,绘制工作曲线。

12.3.2.2 汞工作曲线

按照仪器性能调节仪器至最佳工作条件,以盐酸(3+97)为载流液、硼氢化钾溶液(5.17)为还原剂,由低到高浓度顺次测定汞标准溶液的荧光强度。以标准溶液的质量浓度(以 $\mu\text{g/L}$ 计)为横坐标,以相应的荧光强度值为纵坐标,绘制工作曲线。

12.4 分析步骤

12.4.1 测定砷、汞试样溶液的处理

移取10 mL试样溶液(8.2)置于50 mL容量瓶中,按照表4的体积加入盐酸(1+1)、硫脲-抗坏血酸混合溶液(5.15),混匀,室温放置30 min,用水稀释至标线,摇匀。室温低于15 $^{\circ}\text{C}$ 时,置于30 $^{\circ}\text{C}$ 水浴中保温20 min。

表 4 试剂的加入量

单位为毫升

元素	盐酸(1+1)	硫脲-抗坏血酸混合溶液
汞	5	—
砷	5	10

12.4.2 空白溶液的处理

按照测定试样处理(12.4.1)中的步骤,对空白溶液进行处理。

12.4.3 试样的测定

按照工作曲线的仪器条件(12.2)和方法,分别测定试样溶液(12.4.1)中砷、汞的荧光强度,在工作曲线中查出试样溶液相应的质量浓度(C_s)。

按照工作曲线的仪器条件(12.2)和方法,分别测定空白溶液(12.4.2)中砷、汞的荧光强度,并在工作曲线中查出其相应质量浓度(C_{05})。

12.5 结果的计算和表示

试样中砷、汞的含量,按式(5)计算。

$$\omega = \frac{(C_s - C_{05}) \times V_1 \times 5}{m_1} \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- ω —— 试样中砷、汞的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- C_s —— 溶液吸光度在校准曲线上查得的质量浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);
- C_{05} —— 空白溶液吸光度在校准曲线上查得的质量浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);
- V_1 —— 溶液的体积,单位为升(L);
- m_1 —— 试样的质量,单位为克(g);
- 5 —— 稀释倍数。

13 催化热解-冷原子吸收分光光度法测定汞(基准法)

13.1 方法提要

准确称取一定量的样品于样品舟中,样品导入燃烧催化炉中。经干燥、热分解和催化反应,各形态汞被还原成单质汞,单质汞进入齐化管生出金汞齐,齐化管迅速升温将金汞齐中的汞以蒸气形式释放出来。汞蒸气被载气带入冷原子吸收分光光度计,汞蒸气对 253.7 nm 特征谱线产生吸收,在一定浓度范围内,吸收强度与汞的浓度成正比。

13.2 仪器参数

不同型号的仪器最佳测试条件不同,可根据仪器使用说明书自行选择最佳工作条件。仪器参数可参考表 5。

表 5 仪器参考条件

参数	参考值
干燥温度 ℃	200
干燥时间 s	10
分解温度 ℃	750
分解时间 s	180
齐化管加热温度 ℃	900
齐化管加热时间 s	12
载气流量 mL./min	100
检测波长 nm	253.7

13.3 工作曲线

13.3.1 标准溶液的配制

用汞标准使用液(5.48)和重铬酸钾 硝酸溶液(5.9)配制标准溶液。配制成低浓度系列标准溶液,当进样量为 100 μL 时汞含量分别为:0 ng、5.0 ng、10.0 ng、20.0 ng、30.0 ng、40.0 ng、50.0 ng,以及高浓度系列标准溶液,当进样量为 100 μL 时汞含量分别为:50.0 ng、100 ng、200 ng、300 ng、400 ng 和 500 ng。可根据仪器的量程和样品中汞的实际含量确定标准溶液中汞的含量。

13.3.2 工作曲线的测定

分别量取 100 μL 标准系列溶液(13.3.1)于样品舟中,按照仪器参考条件(13.2)依次测定标准溶液,记录吸光度值。以各标准系列溶液的汞含量为横坐标,其对应的吸光度值为纵坐标,分别建立低浓度和高浓度标准曲线。

13.4 试样的测定

试样无需预处理,称取 0.1 g 试样(m_2),精确到 0.000 1 g,置于样品舟中。按照与建立标准曲线相同的仪器条件下测定样品的吸光度值,通过工作曲线得出汞含量(m_3)。取样量可根据样品浓度适当调整,建议取样量为 0.1 g~0.5 g。

13.5 结果的计算和表示

试样中汞的含量以微克每千克($\mu\text{g}/\text{kg}$)表示,按式(6)计算:

$$w = \frac{m_3}{m_2} \dots\dots\dots (6)$$

式中：

w —— 试样中汞的含量，单位为微克每千克($\mu\text{g}/\text{kg}$)；

m_3 —— 试样中汞的含量，单位为纳克(ng)；

m_2 —— 试样的质量，单位为克(g)。

14 方法检出限

当检测方法与标准中无明显差异时，各种方法对不同元素的方法检出限见表 6。

表 6 各方法对不同元素的方法检出限

元素	电感耦合等离子体发射光谱法 检出限 mg/L	石墨炉原子吸收分光光度法 检出限 mg/L	火焰原子吸收分光光度法 检出限 mg/L	原子荧光光谱法 检出限 mg/L	催化热解-冷原子吸收分光光度法 检出限 $\mu\text{g}/\text{kg}$
铅	0.05	0.005	0.1	—	—
铬	0.01	0.004	0.05	—	—
镉	0.003	0.000 5	0.005	—	—
铜	0.01	0.004	0.02	—	—
镍	0.01	0.005	0.04	—	—
钡	0.003	0.01	0.1	—	—
锌	0.006	—	0.05	—	—
锰	0.001	—	0.05	—	—
锑	0.001	—	0.03	—	—
钴	0.005	—	—	—	—
钒	0.01	—	—	—	—
砷	0.1	—	—	0.002	—
汞	0.1	—	—	0.000 2	0.2
铋	0.01	—	—	—	—