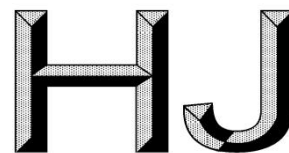


附件 10



中华人民共和国国家环境保护标准

HJ □□□-20□□

环境空气和废气 颗粒物中砷、硒、 铋、锑的测定 原子荧光法

Ambient air and waste gas—Determination of arsenic, selenium,
bismuth, antimony in ambient particle matter
—Atomic fluorescence spectrometry

(征求意见稿)

201□-□□-□□发布

201□-□□-□□实施

生态环境部 发布

目 次

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

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国大气污染防治法》，保护生态环境，保障人体健康，规范环境空气和废气颗粒物中砷、硒、铋、锑的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定空气和废气颗粒物中砷、硒、铋、锑的原子荧光法。

本标准的附录A为规范性附录，附录B为资料性附录。

本标准为首次发布。

本标准由生态环境部生态环境监测司、法规和标准司组织制订。

本标准起草单位：中国环境监测总站。

本标准验证单位：青海省环境监测中心站、辽宁省环境监测实验中心、内蒙古自治区环境监测中心站、太原市环境监测中心站、扬州市环境监测中心站和湛江市环境保护监测站。

本标准生态环境部20□□年□□月□□日批准。

本标准自20□□年□□月□□日起实施。

本标准由生态环境部解释。

环境空气和废气 颗粒物中砷、硒、铋、锑的测定

原子荧光法

警告：硝酸和盐酸具有强腐蚀性，样品消解过程应在通风橱内进行，实验人员应注意佩戴防护器具。

1 适用范围

本标准规定了测定环境空气和废气颗粒物中砷、硒、铋、锑四种元素的原子荧光法。

本标准适用于环境空气、无组织排放监控点空气和固定污染源有组织排放废气颗粒物中砷(As)、硒(Se)、铋(Bi)、锑(Sb)的测定。

当环境空气采样量为 144 m³ 时，消解液定容体积为 50 ml 时，方法的检出限为 0.1 ng/m³~0.8 ng/m³，测定下限为 0.4 ng/m³~3.2 ng/m³；无组织排放监控点空气采样量为 48 m³，消解液定容体积为 50 ml 时，方法检出限为 0.3 ng/m³~2.4 ng/m³，测定下限为 1.2 ng/m³~9.6 ng/m³；固定污染源有组织排放废气采样量为 0.600 m³ 时，消解液定容体积为 100 ml 时，方法的检出限为 0.1 μg/m³~0.5 μg/m³，测定下限为 0.4 μg/m³~2.0 μg/m³。详见附录 A。

2 规范性引用文件

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

GB 16297	大气污染物综合排放标准
GB/T 16157	固定污染源排气中颗粒物测定与气态污染物采样方法
HJ 194	环境空气质量手工监测技术规范
HJ 664	环境空气质量监测点位布设技术规范（试行）
HJ/T 48	烟尘采样器技术条件
HJ/T 55	大气污染物无组织排放监测技术导则
HJ/T 374	总悬浮颗粒物采样器技术要求及检测方法
HJ/T 397	固定源废气监测技术规范

3 方法原理

用滤膜或滤筒采集环境空气、无组织排放监控点空气和固定污染源有组织排放废气中颗粒物，采集的样品经混合酸消解（在消解液中加入硫脲-抗坏血酸溶液，将高价砷和锑还原为三价砷和锑）后，导入原子荧光光谱仪。

经预处理后的试液在酸性条件的硼氢化钾（或硼氢化钠）还原作用下，生成砷化氢、硒

化氢、铋化氢、锑化氢气体，氢化物在氩氢火焰中形成基态原子，在元素灯（砷、硒、铋、锑）发射光的激发下产生原子荧光，在一定浓度范围内原子荧光强度与试液中被测元素的含量成正比。

4 干扰和消除

4.1 试样中能在酸性条件下与硼氢化钾反应生成氢化物的过渡金属离子（铜、钴、镍、银等）浓度较高时干扰测定，加入硫脲-抗坏血酸混合溶液（5.14），可以基本消除干扰。在本标准的实验条件下，样品中含 100 mg/L 以下的 Cu^{2+} 、50 mg/L 以下的 Fe^{3+} 、1 mg/L 以下的 Co^{2+} 、10 mg/L 以下的 Pb^{2+} 和 150 mg/L 以下的 Mn^{2+} 不影响测定。

4.2 选用双层结构石英管原子化器，内外两层均通氩气，外层形成保护层隔绝空气，使待测元素的基态原子不与空气中的氧和氮接触，降低荧光猝灭对测定影响。

5 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准和分析纯试剂，实验用水为新制备的去离子水或蒸馏水。

5.1 盐酸： $\rho(\text{HCl}) = 1.19 \text{ g/ml}$ ，优级纯。

5.2 硝酸： $\rho(\text{HNO}_3) = 1.42 \text{ g/ml}$ ，优级纯。

5.3 氢氧化钾（KOH）。

5.4 硼氢化钾（ KBH_4 ）。

5.5 硫脲（ $\text{CH}_4\text{N}_2\text{S}$ ）。

5.6 抗坏血酸（ $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ ）。

5.7 三氧化二砷（ As_2O_3 ）：优级纯。

5.8 硒粉：高纯（质量分数 99.99% 以上）。

5.9 铋：高纯（质量分数 99.99% 以上）。

5.10 三氧化二锑（ Sb_2O_3 ）：优级纯。

5.11 盐酸溶液：5+95

5.12 硝酸-盐酸混合溶液

于约 500 ml 实验用水中加入 55.5 ml 硝酸（5.2）及 167.5 ml 盐酸（5.1），再用试剂水稀释至 1 L。

5.13 硼氢化钾溶液： $\rho(\text{硼氢化钾}) = 20 \text{ g/L}$

称取 0.5 g 氢氧化钾（5.3）放入盛有 100 ml 实验用水的烧杯中，玻璃棒搅拌至完全溶解后，再加入 2.0 g 硼氢化钾（5.4），搅拌溶解，用时现配。

注：硼氢化钾溶液也可以用氢氧化钠、硼氢化钠配置硼氢化钠溶液。

5.14 硫脲-抗坏血酸混合溶液

称取硫脲（5.5）、抗坏血酸（5.6）各 10 g，用 100 ml 实验用水溶解，混匀，用时现配。

5.15 砷标准溶液

5.15.1 砷标准贮备液： $\rho(\text{As}) = 100.0 \text{ mg/L}$

称取 0.1320 g 三氧化二砷 (5.7)，使用前于 105℃干燥 2 h，溶解于 5 ml 1 mol/L 氢氧化钠溶液中，用 1 mol/L 的盐酸溶液中和至酚酞红色褪去，用水定容至 1000 ml，混匀。也可购买市售有证标准溶液。

5.15.2 砷标准中间液： $\rho(\text{As})=1.00\text{ mg/L}$

移取 5.00 ml 砷标准贮备液 (5.15.1)，置于 500 ml 的容量瓶中，加入 100 ml 盐酸 (5.1)，用水定容至标线，混匀。

5.15.3 砷标准使用液： $\rho(\text{As})=100.0\text{ }\mu\text{g/L}$

移取 10.00 ml 砷标准中间液 (5.15.2)，置于 100 ml 容量瓶中，加入 20 ml 盐酸 (5.1)，用水定容至标线，混匀。用时现配。

5.16 硒标准溶液

5.16.1 硒标准贮备液： $\rho(\text{Se})=100.0\text{ mg/L}$

称取 0.1000 g 硒粉 (5.8)，置于 100 ml 烧杯中，加 20 ml 硝酸 (5.2) 低温加热溶解后冷却至温室，移入 1000 ml 容量瓶中，用水定容至标线，混匀。也可购买市售有证标准溶液。

5.16.2 硒标准中间液： $\rho(\text{Se})=1.00\text{ mg/L}$

移取 5.00 ml 硒标准贮备液 (5.16.1)，置于 500 ml 的容量瓶中，用水定容至标线，混匀。

5.16.3 硒标准使用液： $\rho(\text{Se})=100.0\text{ }\mu\text{g/L}$

移取 10.00 ml 硒标准中间液 (5.16.2)，置于 100 ml 容量瓶中，用实验用水定容至标线，混匀。用时现配。

5.17 铋标准溶液

5.17.1 铋标准贮备液： $\rho(\text{Bi})=100.0\text{ mg/L}$

称取 0.1000 g 铋 (5.9)，置于 100 ml 烧杯中，加 20 ml 硝酸 (5.2)，低温加热至溶解完全，冷却，移入 1000 ml 容量瓶中，用水定容至标线，混匀。也可购买市售有证标准溶液。

5.17.2 铋标准中间液： $\rho(\text{Bi})=1.00\text{ mg/L}$

移取 5.00 ml 铋标准贮备液 (5.17.1)，置于 500 ml 的容量瓶中，加入 100 ml 盐酸 (5.1)，用水定容至标线，混匀。

5.17.3 铋标准使用液： $\rho(\text{Bi})=100.0\text{ }\mu\text{g/L}$

移取 10.00 ml 铋标准中间液 (5.17.2)，置于 100 ml 容量瓶中，加入 20 ml 盐酸 (5.1)，用水定容至标线，混匀。用时现配。

5.18 锑标准溶液

5.18.1 锑标准贮备液： $\rho(\text{Sb})=100.0\text{ mg/L}$

称取 0.1197 g 三氧化二锑 (5.10)，使用前于 105℃干燥 2 h，溶解于 80 ml 盐酸 (5.1) 中，转入 1000 ml 容量瓶中，加 120 ml 盐酸 (5.1)，用水定容至标线，混匀。也可购买市售有证标准溶液。

5.18.2 锑标准中间液： $\rho(\text{Sb})=1.00\text{ mg/L}$

移取 5.00 ml 锑标准贮备液 (5.18.1)，置于 500 ml 的容量瓶中，加入 100 ml 盐酸 (5.1)，用实验用水定容至标线，混匀。

5.18.3 锑标准使用液： $\rho(\text{Sb})=100.0\text{ }\mu\text{g/L}$

移取 10.00 ml 铈标准中间液（5.18.2），置于 100 ml 容量瓶中，加入 20 ml 盐酸（5.1），用实验用水定容至标线，混匀。用时现配。

5.19 石英滤膜

对粒径大于 0.3 μm 颗粒物的阻留效率不低于 99%；空白滤膜中目标元素含量应小于测定下限。

5.20 石英滤筒

对粒径大于 0.3 μm 颗粒物的阻留效率不低于 99.9%；空白滤筒中目标元素含量应小于测定下限。

5.21 氩气：纯度 \geq 99.9%。

6 仪器和设备

6.1 颗粒物采样器

6.1.1 空气采样器

大流量采样器：采样器工作点流量为1.05 m³/min。

中流量采样器：采样器工作点流量为0.100 m³/min。

大流量及中流量采样器的其他性能和技术指标应符合HJ/T 374的规定。

6.1.2 烟尘采样器：采样流量为 20 L/min~50 L/min 以内，其他性能和技术指标应符合 HJ/T 48 的规定。

6.2 原子荧光光谱仪应符合规定，具有砷、硒、铋、铈的元素灯。

6.3 微波消解装置。

6.3.1 微波消解仪：具有温度控制和程序升温功能，温控精度 \pm 2.5 $^{\circ}\text{C}$ 。

6.3.2 微波消解容器：聚四氟乙烯或同级材质。

6.3.3 旋转盘：在微波消解过程中必须使用旋转盘，以确保样品接受微波的均匀性。

6.4 电热板：温度可控制在 100 $^{\circ}\text{C}$ 。

6.5 恒温水浴装置：温控精度 \pm 1 $^{\circ}\text{C}$ 。

6.6 分析天平：精度为 0.0001 g。

6.7 A 级玻璃量器。

6.8 一般实验室常用仪器和设备。

7 样品

7.1 样品采集

7.1.1 环境空气样品

环境空气采样点的布设和采样过程按照HJ 664和HJ 194的有关规定执行。采用大流量或中流量采样器采集样品。当目标化合物浓度较低时，可适当增加采气体积，采样时应详细记录采样环境条件。

7.1.2 无组织排放监控点空气样品

无组织排放监控点空气样品采集按照GB 16297和HJ/T 55中相关要求设置监测点位，采用大流量或中流量采样器采集样品。

7.1.3 有组织排放废气样品

固定污染源废气采样位置与采样点、采样频次和采样时间的确定、排气参数的测定和采样操作执行 GB/T 16157 和 HJ/T 397 的相关规定。将装有滤筒的采样管伸入排气筒内的采样点，等速采样，根据重金属浓度选择适当的采样时间，同时测定温度、压力等参数。

7.2 样品保存

滤膜样品采集后将有尘面两次向内对折，放入样品盒或纸袋中保存；滤筒样品采集后将封口向内折叠，放在采样袋中密闭保存。

分析前样品保存在 15℃~30℃的环境下，最长保存 180 d。

7.3 试样的制备

7.3.1 微波消解

取整张或部分滤膜样品，用陶瓷剪刀剪成小块置于消解罐中，加入 15.0 ml 硝酸-盐酸混合溶液（5.12），使滤膜浸没其中，加盖，置于消解罐组件中并旋紧，放到微波转盘架上。设定消解温度为 200℃、消解持续时间为 15 分钟，开始消解。消解结束后，取出消解罐组件，冷却，把玻璃小漏斗插于 50.0 ml 容量瓶的瓶口，用滤纸将消解后溶液慢速定量过滤至容量瓶中，实验用水洗涤消解罐及沉淀，将所有洗涤液并入容量瓶中，最后用实验用水定容至标线，混匀；若滤膜样品取样量较多，可适当增加硝酸-盐酸混合溶液（5.12）的体积，以使滤膜浸没其中。

取整个滤筒样品，剪成小块后，加入 40.0 ml 硝酸-盐酸混合溶液（5.12），使滤筒浸没其中，最后定容至 100.0 ml，其他操作与滤膜样品相同。

7.3.2 电热板消解

取整张或部分滤膜样品，用陶瓷剪刀剪成小块置于玻璃或聚四氟乙烯烧杯中，加入 15.0 ml 硝酸-盐酸混合溶液（5.12），使滤膜浸没其中，盖上表面皿，在 100℃加热回流 2.0 小时后冷却。把玻璃小漏斗插于 50.0 ml 容量瓶的瓶口，用滤纸将消解后溶液慢速定量过滤至容量瓶中，实验用水洗涤玻璃或聚四氟乙烯烧杯及沉淀，将所有洗涤液并入容量瓶中，最后用实验用水定容至标线，混匀；若滤膜样品取样量较多，可适当增加硝酸-盐酸混合溶液（5.12）的体积，以使滤膜浸没其中。

取整个滤筒样品，加入 40.0 ml 硝酸-盐酸混合溶液（5.12），最后定容至 100.0 ml，其他操作与滤膜样品相同。

7.3.3 待测试样的制备

分取 5.0 ml 经消解后的样品置于 10 ml 比色管中，按照表 1 加入盐酸（5.1）、硫脲-抗坏

血酸混合溶液（5.14），混匀。室温放置 30 min，用实验用水定容至标线，混匀。

表 1 定容至 10 ml 时试剂加入量

单位：ml

名称	硒、铋	砷、锑
盐酸（5.1）	2.0	1.0
硫脲-抗坏血酸混合溶液（5.14）	/	2.0

注：室温低于 15℃时，置于 30℃水浴中保温 20 min。

8 分析步骤

8.1 测量条件

原子荧光光谱仪开机预热，按照仪器使用说明书设定灯电流、负高压、载气流量、屏蔽气流量等工作参数，参考条件见表 2。

表 2 原子荧光光谱仪的工作参数

元素名称	灯电流 (mA)	负高压 (V)	原子化器温度 (℃)	载气流量 (ml/min)	屏蔽气流量 (ml/min)	灵敏线波长 (nm)
砷	40~80	230~300	200	300~400	800~900	193.7
硒	40~80	230~300	200	350~400	800~1000	196.3
铋	40~80	230~300	200	300~400	400~700	306.8
锑	40~80	230~300	200	200~400	800~1000	217.6

8.2 校准曲线的建立

8.2.1 校准系列的制备

8.2.1.1 砷校准系列

分别移取 0 ml、0.50 ml、1.00 ml、2.00 ml、4.00 ml 和 5.00 ml 砷标准使用液（5.15.3）于 50 ml 容量瓶中，分别加入 5.0 ml 盐酸（5.1）、10.0 ml 硫脲-抗坏血酸混合溶液（5.14），室温放置 30 min（室温低于 15℃时，置于 30℃水浴中保温 20 min），用实验用水定容至标线，混匀。

8.2.1.2 硒校准系列

分别移取 0 ml、0.50 ml、1.00 ml、2.00 ml、4.00 ml 和 5.00 ml 硒标准使用液（5.16.3）于 50 ml 容量瓶中，分别加入 10.0 ml 盐酸（5.1），室温放置 30 min（室温低于 15℃时，置于 30℃水浴中保温 20 min），用实验用水定容至标线，混匀。

8.2.1.3 铋校准系列

分别移取 0 ml、0.50 ml、1.00 ml、2.00 ml、4.00 ml 和 5.00 ml 铋标准使用液（5.17.3）

于 50 ml 容量瓶中，分别加入 10.0 ml 盐酸（5.1），室温放置 30 min（室温低于 15 °C 时，置于 30 °C 水浴中保温 20 min），用实验用水定容至标线，混匀。

8.2.1.4 铈校准系列

分别移取 0 ml、0.50 ml、1.00 ml、2.00 ml、4.00 ml 和 5.00 ml 铈标准使用液（5.18.3）于 50 ml 容量瓶中，分别加入 5.0 ml 盐酸（5.1）、10.0 ml 硫脲-抗坏血酸混合溶液（5.14），室温放置 30 min（室温低于 15 °C 时，置于 30 °C 水浴中保温 20 min），用实验用水定容至标线，混匀。

砷、硒、铋、铈的校准系列溶液浓度见表 3。

表 3 各元素校准系列溶液浓度

单位：μg/L

元素	标准系列					
	0.00	1.00	2.00	4.00	8.00	10.00
砷	0.00	1.00	2.00	4.00	8.00	10.00
硒	0.00	1.00	2.00	4.00	8.00	10.00
铋	0.00	1.00	2.00	4.00	8.00	10.00
铈	0.00	1.00	2.00	4.00	8.00	10.00

8.2.2 建立校准曲线

以硼氢化钾溶液（5.13）为还原剂、盐酸溶液（5.11）为载流，由低浓度到高度顺次测定砷、硒、铋、铈校准系列标准溶液的原子荧光强度。以原子荧光强度为纵坐标，以相应元素的质量浓度为横坐标，建立校准曲线。

8.3 试样测定

将制备好的试料导入原子荧光光谱仪中，按照与校准曲线的建立（8.2）相同仪器工作条件进行测定。如果被测元素浓度超过校准曲线浓度范围，应稀释后重新进行测定。

8.4 空白试验

空白试验包括试剂空白和滤膜（或滤筒）空白。试剂空白用实验用水代替样品，按照 7.3 和 8.3 相同的步骤进行试剂空白值的测定。滤膜（或滤筒）空白取与样品相同批号、相同面积的空白滤膜（或滤筒），按照 7.3 和 8.3 相同的步骤测定滤膜（或滤筒）空白值。

9 结果计算与表示

9.1 结果计算

环境空气、无组织排放监控点空气颗粒物中目标元素的浓度按公式（1）计算：

$$\rho_I = \frac{(\rho_i - \rho_0) \times V \times V_2 \times 10^{-3} \times n}{V_a \times V_1} \quad (1)$$

式中： ρ_I —颗粒物中目标元素的质量浓度， $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ；

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

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

V —消解液的定容体积，ml；

V_1 —分取消解液的体积，ml；

V_2 —分取后试样的定容体积，ml；

n —滤纸切割的份数。若为小张圆滤膜，消解时取整张，则 $n=1$ ；若为大张滤膜，消解时取八分之一，则 $n=8$ ；

V_a —实际采样体积， m^3 。

固定污染源有组织排放废气颗粒物中目标元素的浓度按公式（2）计算：

$$\rho_I = \frac{(\rho_i - \rho_0) \times V \times V_2 \times 10^{-3}}{V_s \times V_1} \quad (2)$$

式中： ρ_I —颗粒物中目标元素的质量浓度， $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ；

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

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

V —消解液的定容体积，ml；

V_1 —分取消解液的体积，ml；

V_2 —分取后试样的定容体积，ml；

V_s —标准状态下干烟气的采样体积， m^3 。

9.2 结果表示

测定结果小数点后保留位数与检出限一致，最多保留三位有效数字。

10 精密度和准确度

10.1 精密度

6个实验室分别对砷、硒、铋、镉3个不同含量的空气颗粒物标准物质模拟样品、3个不同含量的废气颗粒物标准物质模拟样品、1个实际滤膜样品和1个废气颗粒物模拟样品（飞灰样品）进行了测定，其中4个实验室采用了微波消解法处理样品，2个实验室采用了电热板消解法处理样品，详见附录B。

10.2 准确度

6个实验室分别对1个空气颗粒物标准物质模拟样品、1个废气颗粒物标准物质模拟样品进行了测定，其中4个实验室采用了微波消解法处理样品，2个实验室采用了电热板消解

法处理样品，详见附录 B。

11 质量保证和质量控制

11.1 空白实验。每批样品应至少分析 1 个空白试样。空白试样包括试剂空白和滤膜（或滤筒）空白，试剂空白中目标元素测定值应小于方法测出限，滤膜（或滤筒）空白中目标元素测定值应小于测定下限。

11.2 校准。通常情况下，校准曲线的相关系数要达到 0.999 以上。校准曲线建立后，测定校准曲线中间点浓度的标准溶液，其相对误差值一般应控制在 $\pm 10\%$ 以内，若超出该范围需重新建立校准曲线。

11.3 平行样。抽取 10%的样品进行实验室平行样测定，平行样测定值的差值应小于各元素对应的重复性限。

11.4 准确度控制。分析测定每批样品时，应称取适量土壤标样于空白滤膜或滤筒中进行验证，其测定值应在保证值范围内。

12 废物处理

实验过程中产生的废液不可随意倾倒，应按照规定委托有资质的单位进行处理。

13 注意事项

13.1 每次采样前需进行流量校准和气密性检查，检查方法按照 HJ/T 374 和 HJ/T 48 中相关要求执行，其他质量保证和质量控制措施按照 HJ 194 和 HJ/T 397 中相关规定执行。

13.2 实验所用的玻璃器皿先用自来水冲洗，再用硝酸溶液（1+1）浸泡 24 小时，依次用自来水、实验用水洗净。

13.3 消解罐的日常清洗和维护步骤：先进行一次空白消解（加入 6 ml 盐酸（5.1），再慢慢加入 2 ml 硝酸（5.2），混匀），以去除内衬管和密封盖上的残留；用水和软刷仔细清洗内衬管和压力套管；将内衬管和陶瓷外套管放入烘箱，在 200 °C~250 °C 温度下加热至少 4 小时，然后在室温下自然冷却。

附录 A
 (规范性附录)
 方法检出限和测定下限

表 A 各元素的方法检出限和测定下限

元素	环境空气		无组织排放监控点空气		有组织排放废气	
	方法检出限 (ng/m ³)	测定下限 (ng/m ³)	方法检出限 (ng/m ³)	测定下限 (ng/m ³)	方法检出限 (μg/m ³)	测定下限 (μg/m ³)
砷	0.1	0.4	0.4	1.6	0.1	0.4
硒	0.4	1.6	1.1	4.4	0.2	0.8
铋	0.1	0.4	0.3	1.2	0.1	0.4
锑	0.8	3.2	2.4	9.6	0.5	2.0

注：环境空气采样体积为 144 m³，无组织排放监控点空气采样体积为 48 m³，有组织废气采样体积为 0.600 m³，滤膜消解液定容体积为 50 ml，滤筒消解液定容体积为 100 ml，分取消解液体积 5.0 ml，定容体积 10.0 ml。

附录 B
(资料性附录)
方法的精密度和准确度

表B.1 方法的精密度数据

元素名称		砷	硒	铋	锑
空气颗粒物标准物质模拟样品1#	\bar{X} (ng/m ³)	11.6	/	0.2	1.4
	RSD _i (%)	2.7~5.6	/	3.3~13	4.2~11
	RSD'(%)	4.4	/	9.7	15
	r(ng/m ³)	1.3	/	0.1	0.3
	R(ng/m ³)	1.8	/	0.1	0.6
空气颗粒物标准物质模拟样品2#	\bar{X} (ng/m ³)	34.5	0.4	0.6	3.9
	RSD _i (%)	3.5~6.4	4.2~11	3.0~8.4	2.1~9.4
	RSD'(%)	4.1	8.5	5.5	17
	r(ng/m ³)	4.1	0.1	0.1	0.8
	R(ng/m ³)	5.4	0.1	0.2	2.0
空气颗粒物标准物质模拟样品3#	\bar{X} (ng/m ³)	66.4	0.6	1.3	6.7
	RSD _i (%)	1.2~5.7	2.3~11	2.2~5.7	1.4~6.6
	RSD'(%)	5.4	9.3	7.4	15
	r(ng/m ³)	8.1	0.1	0.1	0.8
	R(ng/m ³)	12.5	0.2	0.3	2.8
废气颗粒物标准物质模拟样品1#	\bar{X} (μg/m ³)	0.88	/	/	/
	RSD _i (%)	2.5~15	/	/	/
	RSD'(%)	8.6	/	/	/
	r(μg/m ³)	0.19	/	/	/
	R(μg/m ³)	0.27	/	/	/
废气颗粒物标准物质模拟样品2#	\bar{X} (μg/m ³)	2.60	/	0.1	/
	RSD _i (%)	2.5~10	/	3.8~6.3	/
	RSD'(%)	4.2	/	3.9	/
	r(μg/m ³)	0.36	/	0.01	/
	R(μg/m ³)	0.45	/	0.01	/
废气颗粒物标准物质模拟样品3#	\bar{X} (μg/m ³)	5.15	/	0.10	0.55
	RSD _i (%)	1.9~9.3	/	2.2~8.3	2.1~12
	RSD'(%)	5.8	/	2.2	12
	r(μg/m ³)	0.64	/	0.01	0.10
	R(μg/m ³)	1.02	/	0.01	0.21
实际滤膜样品	\bar{X} (ng/m ³)	18.0	9.7	3.6	24.0
	RSD _i (%)	1.4~5.6	2.0~8.0	1.3~5.9	1.9~5.8
	RSD'(%)	18	17	4.6	27
	r(ng/m ³)	1.7	1.1	0.4	2.7
	R(ng/m ³)	9.3	4.8	0.6	18.2

续表

元素名称		砷	硒	铋	锑
废气颗粒物模拟样品(飞灰样品)	\bar{X} ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	0.65	/	5.65	9.60
	RSDi(%)	2.4~17	/	1.8~8.2	1.4~13
	RSD'(%)	18	/	16	18
	r($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	0.07	/	0.45	2.07
	R($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	0.33	/	2.62	5.10

注：空气颗粒物标准物质模拟样品1、2、3为分别称取10 mg、30 mg、60 mg土壤标准物质置于空白滤膜中，废气颗粒物标准物质模拟样品4、5、6为分别称取10 mg、30 mg、60 mg土壤标准物质置于空白滤筒中，废气颗粒物模拟样品为称取30 mg飞灰置于空白滤筒中。环境空气采样体积为48 m³，有组织废气采样体积为0.600 m³。

表B.2 方法的准确度数据

元素名称		砷	硒	铋	锑
空气颗粒物标准物质模拟样品	标准值 ($\mu\text{g}/\text{g}$)	58.0	0.640	1.04	6.30
	测定平均值 ($\mu\text{g}/\text{g}$)	55.3	0.587	1.00	6.21
	RE _i (%)	-8.6~1.7	-17~3.1	-11~4.8	-16~24
	$\overline{RE} \pm 2S_{\overline{RE}}$	-4.7±7.0	-8.3±16	-3.8±10	3.6±33
废气颗粒物标准物质模拟样品	标准值 ($\mu\text{g}/\text{g}$)	58.0	0.640	1.04	6.30
	测定平均值 ($\mu\text{g}/\text{g}$)	52.0	0.577	0.979	5.90
	RE _i (%)	-16~-6.2	-18~4.5	-9.8~-2.9	-18~8.9
	$\overline{RE} \pm 2S_{\overline{RE}}$	-10±7.6	-8.3±18	-5.9±5.0	-6.3±19