



中华人民共和国国家生态环境标准

HJ 1490.2—2026

部分代替 HJ/T 63.2—2001、HJ/T 64.2—2001

固定污染源废气 铜、镍、镉的测定 石墨炉原子吸收分光光度法

Stationary source emission—Determination of copper,nickel,cadmium—
Graphite furnace atomic absorption spectrophotometric method

本电子版为正式标准文件，由生态环境部环境标准研究所审校排版。

2026-08-12 发布

2027-01-01 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 试剂和材料.....	1
5 仪器和设备.....	2
6 样品	3
7 分析步骤	4
8 结果计算与表示.....	5
9 准确度	5
10 质量保证和质量控制.....	6
附录A（资料性附录） 方法的精密度和正确度.....	8

前 言

为贯彻《中华人民共和国生态环境法典》《生态环境监测条例》等法律法规的规定，防治环境污染，改善生态环境质量，规范固定污染源有组织排放废气颗粒物中铜、镍、镉的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定固定污染源有组织排放废气颗粒物中铜、镍、镉的石墨炉原子吸收分光光度法。

本标准是对《大气固定污染源 镍的测定 石墨炉原子吸收分光光度法》(HJ/T 63.2-2001)、《大气固定污染源 镉的测定 石墨炉原子吸收分光光度法》(HJ/T 64.2-2001)中固定污染源有组织排放废气部分的修订。

《大气固定污染源 镍的测定 石墨炉原子吸收分光光度法》(HJ/T 63.2-2001)、《大气固定污染源 镉的测定 石墨炉原子吸收分光光度法》(HJ/T 64.2-2001)首次发布于2001年，起草单位为中国环境监测总站。本次为第一次修订，修订的主要内容有：

- 修订了适用范围的相关表述；
- 增加了目标元素铜；
- 修订了滤筒的材质，使用石英滤筒采集样品；
- 增加了微波消解前处理方法；
- 增加了质量保证和质量控制的内容。

自本标准实施之日起，固定污染源有组织排放废气中镍、镉的石墨炉原子吸收分光光度法不再执行《大气固定污染源 镍的测定 石墨炉原子吸收分光光度法》(HJ/T 63.2-2001)、《大气固定污染源 镉的测定 石墨炉原子吸收分光光度法》(HJ/T 64.2-2001)的相关规定。

本标准的附录A为资料性附录。

本标准由生态环境部生态环境监测司、法规与标准司组织制订。

本标准主要起草单位：天津市生态环境监测中心、山东省淄博生态环境监测中心。

本标准验证单位：湖北省生态环境监测中心站、广西壮族自治区生态环境监测中心、天津市滨海新区生态环境监测中心、华测检测认证集团北京有限公司、国检测试控股集团京诚检测有限公司、天津市宇相津准科技有限公司、天津市环科检测技术有限公司。

本标准生态环境部2026年8月12日批准。

本标准自2027年1月1日起实施。

本标准由生态环境部解释。

固定污染源废气 铜、镍、镉的测定

石墨炉原子吸收分光光度法

警告：实验过程中使用的镉及其化合物毒性较强、镍及其化合物具有一定致癌性，硝酸和高氯酸具有强腐蚀性和强氧化性，溶液配制及样品前处理过程应在通风橱内操作，按要求佩戴防护器具，避免吸入呼吸道或接触皮肤和衣物。

1 适用范围

本标准规定了测定固定污染源有组织排放废气颗粒物中铜、镍、镉的石墨炉原子吸收分光光度法。本标准适用于固定污染源有组织排放废气颗粒物中铜、镍、镉的测定。

采样量为 600 L（标准状态干烟气），消解定容体积为 50 mL，进样量为 20 μL 时，铜、镍、镉的检出限分别为 0.2 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 、0.2 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 、0.01 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ，测定下限分别为 0.8 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 、0.8 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 、0.04 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 。

2 规范性引用文件

本标准引用了下列文件或其中的条款。凡是注明日期的引用标准，仅注日期的版本适用于本标准。凡是未注日期的引用标准，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。其他文件被新文件废止、修改、修订的，新文件适用于本标准。

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/T 48 烟尘采样器技术条件
HJ/T 397 固定源废气监测技术规范

3 方法原理

固定污染源废气中的颗粒物被石英滤筒截留，经硝酸-高氯酸或硝酸-盐酸消解，注入石墨炉原子化器中经高温原子化，形成目标元素的基态原子蒸气，对相应元素的锐线光源或连续光源发射的特征谱线产生选择性吸收，在一定范围内其吸光度与质量浓度成正比。

4 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试剂，实验用水为新制备的去离子水或相当纯度的水。

- 4.1 硝酸（ HNO_3 ）： $\rho=1.4 \text{ g/mL}$ ， $w\in[65.0\%, 68.0\%]$ 。
- 4.2 高氯酸（ HClO_4 ）： $w\in[70.0\%, 72.0\%]$ 。
- 4.3 盐酸（ HCl ）： $\rho=1.18 \text{ g/mL}$ ， $w\in[36.0\%, 38.0\%]$ 。
- 4.4 金属铜：光谱纯。
- 4.5 金属镍：光谱纯。
- 4.6 金属镉：光谱纯。

4.7 硝酸溶液 I。

硝酸(4.1)和水以 1:1 的体积比混合。

4.8 硝酸溶液 II。

硝酸(4.1)和水以 1:99 的体积比混合。

4.9 硝酸-盐酸混合溶液。

于约 500 mL 水中加入 55.5 mL 硝酸(4.1)及 167.5 mL 盐酸(4.3)，再用水稀释至 1 L。

4.10 铜标准贮备液： $\rho(\text{Cu})=1\,000\text{ mg/L}$ 。

称取 1 g(精确到 0.000 1 g)金属铜(4.4)，用 30 mL 硝酸溶液 I(4.7)加热溶解，冷却后用水定容至 1 L。贮存于聚乙烯瓶内，4℃以下冷藏保存，有效期 2 a。或直接购买市售有证标准物质。

4.11 铜标准中间液： $\rho(\text{Cu})=10.0\text{ mg/L}$ 。

准确移取铜标准贮备液(4.10) 5.00 mL 于 500 mL 容量瓶中，用硝酸溶液 II(4.8)定容至标线，摇匀。贮存于聚乙烯瓶内，4℃以下冷藏保存，有效期 1 a。

4.12 铜标准使用液： $\rho(\text{Cu})=100\text{ }\mu\text{g/L}$ 。

准确移取铜标准中间液(4.11) 5.00 mL 于 500 mL 容量瓶中，用硝酸溶液 II(4.8)定容至标线，摇匀。贮存于聚乙烯瓶内，4℃以下冷藏保存，有效期 3 个月。

4.13 镍标准贮备液： $\rho(\text{Ni})=1\,000\text{ mg/L}$ 。

称取 1 g(精确到 0.000 1 g)金属镍(4.5)，用 30 mL 硝酸溶液 I(4.7)加热溶解，冷却后用水定容至 1 L。贮存于聚乙烯瓶内，4℃以下冷藏保存，有效期 2 a。或直接购买市售有证标准物质。

4.14 镍标准中间液： $\rho(\text{Ni})=10.0\text{ mg/L}$ 。

准确移取镍标准贮备液(4.13) 5.00 mL 于 500 mL 容量瓶中，用硝酸溶液 II(4.8)定容至标线，摇匀。贮存于聚乙烯瓶内，4℃以下冷藏保存，有效期 1 a。

4.15 镍标准使用液： $\rho(\text{Ni})=100\text{ }\mu\text{g/L}$ 。

准确移取镍标准中间液(4.14) 5.00 mL 于 500 mL 容量瓶中，用硝酸溶液 II(4.8)定容至标线，摇匀。贮存于聚乙烯瓶内，4℃以下冷藏保存，有效期 3 个月。

4.16 镉标准贮备液： $\rho(\text{Cd})=1\,000\text{ mg/L}$ 。

称取 1 g(精确到 0.000 1 g)金属镉(4.6)，用 30 mL 硝酸溶液 I(4.7)溶解，用水定容至 1 L。贮存于聚乙烯瓶内，4℃以下冷藏保存，有效期 2 a。或直接购买市售有证标准物质。

4.17 镉标准中间液： $\rho(\text{Cd})=10.0\text{ mg/L}$ 。

准确移取镉标准贮备液(4.16) 5.00 mL 于 500 mL 容量瓶中，用硝酸溶液 II(4.8)定容至标线，摇匀。贮存于聚乙烯瓶内，4℃以下冷藏保存，有效期 1 a。

4.18 镉标准使用液： $\rho(\text{Cd})=10.0\text{ }\mu\text{g/L}$ 。

准确移取镉标准中间液(4.17) 0.50 mL 于 500 mL 容量瓶中，用硝酸溶液 II(4.8)定容至标线，摇匀。贮存于聚乙烯瓶内，4℃以下冷藏保存，有效期 3 个月。

4.19 氩气：纯度 $\geq 99.99\%$ 。

4.20 滤筒：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%。

4.21 滤膜：0.45 μm 醋酸纤维材质或其他性能相似的滤膜。

5 仪器和设备

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的 A 级玻璃器皿。

5.1 烟尘采样器：采样流量为 5 L/min~80 L/min、烟气温度测定范围为 0℃~500℃，其性能和技术指标符合 HJ/T 48 的规定。

5.2 石墨炉原子吸收分光光度计：具有背景校正功能。

- 5.3 石墨管：热解涂层石墨管。
- 5.4 光源：铜、镍、镉元素锐线光源或连续光源。
- 5.5 电热板：具有温控功能，温控精度 $\pm 5^{\circ}\text{C}$ 。
- 5.6 微波消解装置：由微波消解仪、微波消解容器、旋转盘等组成，具有温度控制和程序升温功能。
- 5.7 分析天平：分度值为 0.1 mg。
- 5.8 抽滤装置：循环水式多用真空泵，压力量程为 $-0.1\text{ MPa}\sim 0\text{ MPa}$ 。
- 5.9 陶瓷或聚四氟乙烯剪刀。
- 5.10 一般实验室常用仪器和设备。

6 样品

6.1 样品的采集

采样过程按照 GB/T 16157、HJ/T 397 中相关规定执行，采集的样品体积不少于 600 L（标准状态干烟气）。

6.2 样品的保存

采样完毕，小心取出滤筒（6.1）将封口向内折叠，竖直放回原滤筒盒内，带回实验室放入干燥器中保存。

6.3 现场空白

取与样品相同批次的空白滤筒（4.20）带至采样现场，安装在采样装置上不进行采样，随后取出，并与样品在相同的条件下保存、运输。

6.4 试样的制备

6.4.1 电热板消解法

用剪刀（5.9）将滤筒（6.1）剪碎，置于 150 mL 锥形瓶中，用少量水润湿，加入 30 mL 硝酸（4.1）和 1 mL 高氯酸（4.2）[以酸液浸过样品为宜，不足时加硝酸（4.1）；对于有机物含量较高的试样，可增加高氯酸（4.2）用量]，瓶口插入一短颈玻璃漏斗，在电热板（5.5）上加热至沸腾，蒸至近干，冷却后再加 10 mL 硝酸（4.1），继续加热至近干，稍微冷却。加少量水静置 0.5 h 浸提，抽滤（5.8），再用水定容至 50 mL 容量瓶标线，摇匀，待测。

注 1：在试样溶液蒸至近干时，温度不宜过高，以免迸溅。

注 2：满足本方法的质量控制要求，经验证后可使用其他手动或自动消解方法。

注 3：消解液常温保存不超过 30 d。

6.4.2 微波消解法

用剪刀（5.9）将滤筒（6.1）剪碎，置于微波消解罐中，加入 25.0 mL 硝酸-盐酸混合溶液（4.9），使滤筒碎片浸没其中，盖上消解盖， 200°C 下消解 15 min。消解结束后，取出消解罐组件，冷却，以水淋洗消解罐内壁，加入约 10 mL 水，静置 0.5 h 浸提，抽滤（5.8），用水定容至 50 mL 容量瓶标线，摇匀，待测。

注 1：有机物含量较高的试样，可在冷却后补加适量高氯酸（4.2），加热至近干。

注 2：消解液常温保存不超过 30 d。

6.5 空白试样的制备

6.5.1 现场空白试样制备

将现场空白样品（6.3），按照试样的制备（6.4）相同的步骤，制备现场空白试样。

6.5.2 实验室空白试样制备

取与样品相同批次的空白滤筒（4.20），按照试样的制备（6.4）相同的步骤，制备实验室空白试样。

7 分析步骤

7.1 仪器参考测量条件

不同型号仪器的最佳测试条件不同，根据仪器使用说明书调节仪器至最佳工作状态，仪器参考测量条件见表 1。

表 1 仪器参考测量条件

目标元素	铜	镍	镉
测定波长（nm）	324.7	232.0	228.8
灯电流（mA）	4.0	4.0	8.0
通带宽度（nm）	0.7	0.2	0.7
干燥温度（℃）/时间（s）	110/30 130/30		
灰化温度（℃）/时间（s）	1 100/20	1 200/20	500/20
原子化温度（℃）/时间（s）	2 000/5	2 400/5	1 500/4
除残温度（℃）/时间（s）	2 450/3		
原子化阶段是否停气	是	是	是
氩气流速（mL/min）	250	250	250
进样量（μl）	20	20	20
积分方式	峰面积		
背景校正方式	塞曼、氘灯等背景校正方式		

7.2 标准曲线的建立

铜和镍：分别移取 0.00 mL、2.50 mL、5.00 mL、10.0 mL、15.0 mL、20.0 mL 铜标准使用液（4.12），镍标准使用液（4.15）分别置于 50 mL 容量瓶中，用硝酸溶液 II（4.8）定容至标线，摇匀。此标准系列铜、镍浓度为 0.00 μg/L、5.00 μg/L、10.0 μg/L、20.0 μg/L、30.0 μg/L、40.0 μg/L（此为参考浓度）。按照仪器参考测量条件（7.1），由低浓度到高浓度依次进样分析。以标准系列溶液中铜、镍的质量浓度为横坐标，其对应的吸光度为纵坐标，建立铜、镍标准曲线。

镉：分别移取 0.00 mL、1.50 mL、3.00 mL、5.00 mL、7.50 mL、10.0 mL 镉标准使用液（4.18）于 50 mL 容量瓶中，用硝酸溶液 II（4.8）定容至标线，摇匀。此标准系列镉浓度为 0.00 μg/L、0.30 μg/L、0.60 μg/L、1.00 μg/L、1.50 μg/L、2.00 μg/L（此为参考浓度）。按照仪器参考测量条件（7.1），由低浓度到高浓度依次进样分析。以标准系列中镉的质量浓度为横坐标，其对应的吸光度为纵坐标，建立镉的标准曲线。

7.3 试样的测定

按照与标准曲线建立（7.2）相同的测量条件（7.1）测定试样。若试样浓度超出标准曲线范围，应将试样用硝酸溶液 II（4.8）稀释后重新测定。

7.4 空白试样的测定

按照与试样测定（7.3）相同的分析条件测定空白试样。

8 结果计算与表示

8.1 结果计算

固定污染源有组织排放废气颗粒物中金属元素的质量浓度，按照公式（1）计算：

$$\rho = \frac{(\rho_1 \times D - \rho_0) \times V}{V_{nd} \times 1000} \quad (1)$$

式中： ρ ——样品中金属元素的质量浓度， $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ；
 ρ_1 ——试样中金属元素的质量浓度， $\mu\text{g}/\text{L}$ ；
 ρ_0 ——实验室空白试样中金属元素的质量浓度， $\mu\text{g}/\text{L}$ ；
 D ——试样稀释倍数；
 V ——试样消解后定容体积， mL ；
 V_{nd} ——标准状态（273.15 K，101.325 kPa）干烟气的采样体积， m^3 。
 1000 —— mL 转换为 L 的单位换算系数。

8.2 结果表示

测定结果最多保留 3 位有效数字，小数点后位数与方法检出限一致。

9 准确度

9.1 精密度

7 家实验室分别对铜浓度为 $41.8 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $126 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $209 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 的标准样品重复测定 6 次：实验室内相对标准偏差分别为 1.1%~9.4%、0.63%~3.3%、1.0%~6.0%，实验室间相对标准偏差分别为 5.6%、7.3%、6.0%，重复性限分别为 $5.0 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $8.2 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $21 \mu\text{g}/\text{m}^3$ ，再现性限分别为 $9.2 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $33 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $48 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 。

7 家实验室分别对镍浓度为 $5.75 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $17.2 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $28.7 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 的标准样品重复测定 6 次：实验室内相对标准偏差分别为 1.4%~6.4%、1.1%~14%、1.3%~12%，实验室间相对标准偏差分别为 8.8%、8.0%、8.1%，重复性限分别为 $0.7 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $3.4 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $5.0 \mu\text{g}/\text{m}^3$ ，再现性限分别为 $1.9 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $5.9 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $9.6 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 。

7 家实验室分别对镉浓度为 $2.58 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $7.83 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $13.1 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 的标准样品重复测定 6 次：实验室内相对标准偏差分别为 1.7%~10%、1.4%~5.5%、0.62%~5.9%，实验室间相对标准偏差分别为 4.8%、5.3%、6.5%；重复性限分别为 $0.37 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $0.71 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $1.2 \mu\text{g}/\text{m}^3$ ，再现性限分别为 $0.55 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $1.6 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $3.2 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 。

7 家实验室分别对铜加标浓度为 $144 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $432 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $727 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 的实际样品重复测定 6 次：实验室内相对标准偏差分别为 $0.65\%\sim 8.2\%$ 、 $1.3\%\sim 6.1\%$ 、 $1.2\%\sim 2.2\%$ ，实验室间相对标准偏差分别为 14% 、 14% 、 13% ，重复性限分别为 $16 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $36 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $34 \mu\text{g}/\text{m}^3$ ，再现性限分别为 $69 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $2.0\times 10^2 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $3.0\times 10^2 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 。

7 家实验室分别对镍加标浓度为 $6.92 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $21.2 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $35.5 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 的实际样品重复测定 6 次：实验室内相对标准偏差分别为 $1.2\%\sim 7.6\%$ 、 $1.2\%\sim 9.0\%$ 、 $1.0\%\sim 10\%$ ，实验室间相对标准偏差分别为 6.5% 、 5.5% 、 9.6% ，重复性限分别为 $0.7 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $2.6 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $4.9 \mu\text{g}/\text{m}^3$ ，再现性限分别为 $1.8 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $4.8 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $13 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 。

7 家实验室分别对镉加标浓度为 $37.8 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $114 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $188 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 的实际样品重复测定 6 次：实验室内相对标准偏差分别为 $0.80\%\sim 5.3\%$ 、 $1.8\%\sim 7.0\%$ 、 $1.4\%\sim 4.6\%$ ，实验室间相对标准偏差分别为 7.7% 、 9.9% 、 9.3% ；重复性限分别为 $3.6 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $13 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $17 \mu\text{g}/\text{m}^3$ ，再现性限分别为 $9.9 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $40 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $59 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 。

精密度结果参见附录 A 中表 A.1 和表 A.2。

9.2 正确度

7 家实验室分别对铜浓度为 $41.8 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $126 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $209 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 的标准样品重复测定 6 次：相对误差分别为 $-5.2\%\sim 6.8\%$ 、 $-6.8\%\sim 2.8\%$ 、 $-5.6\%\sim 8.8\%$ ，相对误差最终值分别为 $1.1\%\pm 7.8\%$ 、 $0.20\%\pm 7.2\%$ 、 $1.3\%\pm 9.6\%$ 。

7 家实验室分别对镍浓度为 $5.75 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $17.2 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $28.7 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 的标准样品重复测定 6 次：相对误差分别为 $-2.9\%\sim 9.1\%$ 、 $-4.4\%\sim 13\%$ 、 $-4.9\%\sim 18\%$ ，相对误差最终值分别为 $2.9\%\pm 12\%$ 、 $4.3\%\pm 13\%$ 、 $3.4\%\pm 16\%$ 。

7 家实验室分别对镉浓度为 $2.58 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $7.83 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $13.1 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 的标准样品重复测定 6 次：相对误差分别为 $-5.8\%\sim 8.3\%$ 、 $-8.2\%\sim 7.7\%$ 、 $-6.6\%\sim 8.3\%$ ，相对误差最终值分别为 $1.2\%\pm 10\%$ 、 $1.2\%\pm 13\%$ 、 $1.0\%\pm 13\%$ 。

7 家实验室分别对铜加标浓度为 $144 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $432 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $727 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 的实际样品重复测定 6 次：加标回收率分别为 $80.8\%\sim 118\%$ 、 $79.8\%\sim 124\%$ 、 $80.3\%\sim 118\%$ 。加标回收率最终值分别为 $101\%\pm 27.6\%$ 、 $99.5\%\pm 28.0\%$ 、 $100\%\pm 24.7\%$ 。

7 家实验室分别对镍加标浓度为 $6.92 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $21.2 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $35.5 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 的实际样品重复测定 6 次：加标回收率分别为 $96.9\%\sim 116\%$ 、 $93.9\%\sim 111\%$ 、 $93.4\%\sim 121\%$ 。加标回收率最终值分别为 $107\%\pm 14.0\%$ 、 $104\%\pm 11.5\%$ 、 $106\%\pm 19.9\%$ 。

7 家实验室分别对镉加标浓度为 $37.8 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $114 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $188 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 的实际样品重复测定 6 次：加标回收率分别为 $83.2\%\sim 107\%$ 、 $81.6\%\sim 113\%$ 、 $80.3\%\sim 107\%$ 。加标回收率最终值分别为 $96.5\%\pm 14.8\%$ 、 $97.9\%\pm 19.9\%$ 、 $96.9\%\pm 17.7\%$ 。

正确度结果参见附录 A 中表 A.3 和表 A.4。

注：飞灰统一实际样品稀释到标准曲线范围内进行测定。

10 质量保证和质量控制

10.1 空白试验

每 20 个样品或每批次样品（少于 20 个）应至少分析 1 个现场空白和 1 个实验室空白。空白样品中目标元素的测定值应低于测定下限。

10.2 标准曲线

每次分析样品均应绘制标准曲线，标准曲线至少包含 6 个浓度点（含零浓度点），标准曲线线性相关系数应 ≥ 0.995 。否则，应重新建立标准曲线。

10.3 连续校准

每 20 个样品或每批次样品（少于 20 个）应至少分析 1 个标准曲线中间点浓度的标准溶液，其测定结果与标准曲线该点浓度的相对误差应在 $\pm 10\%$ 范围内。否则，应找出原因予以纠正，并待仪器稳定后重新建立标准曲线。

附 录 A
(资料性附录)
方法的精密度和正确度

7 家实验室分别对 3 个不同浓度的标准样品进行测定, 各目标元素的方法精密度结果见表 A.1。

表 A.1 标准样品方法精密度

元素名称	理论浓度 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	平均测定值 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	实验室内相对 标准偏差 (%)	实验室间相对 标准偏差 (%)	重复性限 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	再现性限 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
铜	41.8	43.4	1.1~9.4	5.6	5.0	9.2
	126	129	0.63~3.3	7.3	8.2	33
	209	218	1.0~6.0	6.0	21	48
镍	5.75	6.2	1.4~6.4	8.8	0.7	1.9
	17.2	18.7	1.1~14	8.0	3.4	5.9
	28.7	30.9	1.3~12	8.1	5.0	9.6
镉	2.58	2.71	1.7~10	4.8	0.37	0.55
	7.83	8.16	1.4~5.5	5.3	0.71	1.6
	13.1	13.6	0.62~5.9	6.5	1.2	3.2

7 家实验室分别对 3 个不同浓度的实际样品进行测定, 各目标元素的方法精密度结果见表 A.2。

表 A.2 实际样品方法精密度

元素名称	样品浓度 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	加标浓度 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	平均测定值 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	实验室内相对 标准偏差 (%)	实验室间相对 标准偏差 (%)	重复性限 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	再现性限 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
铜	ND	144	145	0.65~8.2	14	16	69
	ND	432	430	1.3~6.1	14	36	2.0×10^2
	ND	727	726	1.2~2.2	13	34	3.0×10^2
镍	ND	6.92	7.4	1.2~7.6	6.5	0.7	1.8
	ND	21.2	22.2	1.2~9.0	5.5	2.6	4.8
	ND	35.5	37.6	1.0~10	9.6	4.9	13
镉	ND	37.8	36.5	0.80~5.3	7.7	3.6	9.9
	ND	114	112	1.8~7.0	9.9	13	40
	ND	188	183	1.4~4.6	9.3	17	59

注: ND 表示未检出。

7 家实验室分别对 3 个不同浓度的标准样品进行测定, 测得的各目标元素的方法正确度结果见表 A.3。

表 A.3 标准样品方法正确度

元素名称	理论浓度 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	平均测定值 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	相对误差 (%)	相对误差最终值 (%)
铜	41.8	43.4	-5.2~6.8	1.1 ± 7.8
	126	129	-6.8~2.8	0.20 ± 7.2
	209	218	-5.6~8.8	1.3 ± 9.6
镍	5.75	6.2	-2.9~9.1	2.9 ± 12
	17.2	18.7	-4.4~13	4.3 ± 13
	28.7	30.9	-4.9~18	3.4 ± 16

续表

元素名称	理论浓度 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	平均测定值 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	相对误差 (%)	相对误差最终值 (%)
镉	2.58	2.71	-5.8~8.3	1.2 ± 10
	7.83	8.16	-8.2~7.7	1.2 ± 13
	13.1	13.6	-6.6~8.3	1.0 ± 13

7 家实验室分别对 3 个不同浓度的实际样品进行测定,测得的各目标元素的方法正确度结果见表 A.4。

表 A.4 实际样品方法正确度

元素名称	样品浓度 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	加标浓度 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	平均测定值 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	加标回收率范围 (%)	加标回收率最终值 (%)
铜	ND	144	145	80.8~118	101 ± 27.6
	ND	432	430	79.8~124	99.5 ± 28.0
	ND	727	726	80.3~118	100 ± 24.7
镍	ND	6.92	7.4	96.9~116	107 ± 14.0
	ND	21.2	22.2	93.9~111	104 ± 11.5
	ND	35.5	37.6	93.4~121	106 ± 19.9
镉	ND	37.8	36.5	83.2~107	96.5 ± 14.8
	ND	114	112	81.6~113	97.9 ± 19.9
	ND	188	183	80.3~107	96.9 ± 17.7
注: ND 表示未检出。					