

ICS 27.100

CCS F 23

DL

中华人民共和国电力行业标准

DL/T 867—2023

代替 DL/T 867—2004

粉煤灰中砷、镉、铬、铜、镍、铅和 锌的分析方法

**Determination of arsenic, cadmium, chromium, copper, nickel, lead
and zinc in fly ash**

2023-12-28 发布

2024-06-28 实施

国家能源局 发布

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 原子吸收分光光度法 1

5 电感耦合等离子体发射光谱法 6

附录 A（规范性） 各元素的方法检出限和测定下限 9

附录 B（资料性） 仪器参数设置 10

附录 C（资料性） 精密度和准确度 11



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。

本文件代替 DL/T 867—2004《粉煤灰中砷、镉、铬、铜、镍、铅和锌的分析方法》，与 DL/T 867—2004 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 增加了方法检出限和测定下限（见第1章、附录A）；
- b) 更改了规范性引用文件（见第2章，2004年版的第2章）；
- c) 增加了“术语和定义”章节（见第3章）；
- d) 将原子吸收分光光度法所涉及的原理、试剂、仪器、样品制备、分析步骤、结果计算、精密度与准确度单独列为一个章节“原子吸收分光光度法”（见第4章，2004年版的第3章、第4章、第5章、第6章、第7章、第8章、第9章）；
- e) 删除了引用的已废止标准，增加了空白试验的步骤（见4.5，2004年版的7.1、7.2），更改了结果计算公式，增加了结果表示的要求（见4.6，2004年版的第8章）；
- f) 增加了质量保证与质量控制要求（见4.8）；
- g) 增加了电感耦合等离子体发射光谱法（见第5章）；
- h) 增加了“附录B（资料性）仪器参数设置”，将2004年版的原子吸收分光光度法有关内容（见2004年版的7.1.1、7.2.1）和电感耦合等离子体发射光谱法仪器参数设置具体内容纳入（见附录B）；
- i) 增加了“附录C（资料性）精密度与准确度”，将2004年版的原子吸收分光光度法有关内容（见2004年版的第9章）和电感耦合等离子体发射光谱法精密度与准确度具体内容纳入（见附录C）。

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。

本文件由中国电力企业联合会提出。

本文件由电力行业环境保护标准化技术委员会（DL/TC 33）归口并解释。

本文件起草单位：国能南京电力试验研究有限公司、江苏方天电力技术有限公司、南京工业大学、国电环境保护研究院有限公司、江苏省能源行业协会、国家能源集团浙江电力有限公司支持中心。

本文件主要起草人：魏晗、李军状、朱法华、段玖祥、王志刚、黄治军、刘广祥、汪效祖、王谅、张昕、陈黎勇、卢练响、袁小红、华伟、何若愚、周道斌。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——2004年首次发布为 DL/T 867—2004；

——本次为第一次修订。

本文件在执行过程中的意见或建议反馈至中国电力企业联合会标准化管理中心（北京市白广路二条一号，100761）。

粉煤灰中砷、镉、铬、铜、镍、铅和锌的分析方法

1 范围

本文件分别描述了采用原子吸收分光光度法和电感耦合等离子体发射光谱法测定燃煤电厂粉煤灰中砷、镉、铬、铜、镍、铅和锌的方法。

本文件适用于燃煤电厂粉煤灰中砷、镉、铬、铜、镍、铅和锌的测定。当取样量为 0.25 g，消解后定容体积为 25 mL 时，方法检出限及测定下限按附录 A 的规定。

使用本文件的相关方可根据具体情况选择原子吸收分光光度法或电感耦合等离子体发射光谱法。

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

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原子吸收分光光度法

4.1 方法原理

粉煤灰样品经酸消解后，试样中铬、铜、镍、铅、锌元素采用火焰原子吸收分光光度法测定，砷、镉元素采用石墨炉原子吸收分光光度法测定。

火焰原子吸收分光光度法是指待测元素在火焰中形成的原子蒸气对特征辐射谱线产生选择性吸收，在一定的浓度范围内，其吸光度与试样中元素的质量浓度成正比。

石墨炉原子吸收分光光度法是指待测元素在石墨管中形成的原子蒸气对特征辐射谱线产生选择性吸收，在一定的浓度范围内，其吸光度与试样中元素的质量浓度成正比。

4.2 试剂或材料

4.2.1 实验用水应符合 GB/T 6682 规定的二级水要求。

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

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

4.2.4 高氯酸： $\rho(\text{HClO}_4) = 1.76 \text{ g/mL}$ ，优级纯。

4.2.5 氢氟酸： $\rho(\text{HF}) = 1.49 \text{ g/mL}$ ，优级纯。

4.2.6 硫酸： $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1.84 \text{ g/mL}$ ，优级纯。

4.2.7 硝酸溶液：1+1，即用 1 体积的硝酸（见 4.2.3）和 1 体积的水混合配制。

4.2.8 硝酸溶液：1+99，即用 1 体积的硝酸（见 4.2.3）和 99 体积的水混合配制。

4.2.9 氢氧化钠溶液： $c = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

称取 4 g 优级纯氢氧化钠溶于 1000 mL 水中。

4.2.10 铜标准贮备液： $\rho(\text{Cu})=1000\text{ mg/L}$ 。

称取 1.0000 g 金属铜〔(Cu) 光谱纯〕置于 100 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸溶液（见 4.2.7），加热溶解并蒸至近干，加入 2 mL 硫酸（见 4.2.6）加热至冒白烟，冷却至室温后用水溶解，移入 1000 mL 容量瓶中，定容至标线，摇匀。可使用有证标准溶液。

4.2.11 锌标准贮备液： $\rho(\text{Zn})=1000\text{ mg/L}$ 。

称取 1.0000 g 金属锌〔(Zn) 光谱纯〕置于 100 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸溶液（见 4.2.7），溶解后移入 1000 mL 容量瓶中，定容至标线，摇匀。可使用有证标准溶液。

4.2.12 铅标准贮备液： $\rho(\text{Pb})=1000\text{ mg/L}$ 。

称取 1.0000 g 金属铅〔(Pb) 光谱纯〕置于 100 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸溶液（见 4.2.7），溶解后移入 1000 mL 容量瓶中，定容至标线，摇匀。可使用有证标准溶液。

4.2.13 镍标准贮备液： $\rho(\text{Ni})=1000\text{ mg/L}$ 。

称取 1.0000 g 金属镍〔(Ni) 光谱纯〕置于 100 mL 烧杯中，加入 10 mL 硝酸（见 4.2.3）和 50 mL 水，溶解后移入 1000 mL 容量瓶中，定容至标线，摇匀。可使用有证标准溶液。

4.2.14 铬标准贮备液： $\rho(\text{Cr})=1000\text{ mg/L}$ 。

称取经 105℃干燥 2 h 的优级纯重铬酸钾（ $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ）2.8288 g，置于 100 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸溶液（见 4.2.7），加热溶解后冷却至室温，移入 1000 mL 容量瓶中，定容至标线，摇匀。可使用有证标准溶液。

4.2.15 砷标准贮备液： $\rho(\text{As})=1000\text{ mg/L}$ 。

称取经 105℃干燥 2 h 的优级纯三氧化二砷（ As_2O_3 ）1.3203 g，置于 100 mL 烧杯中，加入 20 mL 氢氧化钠溶液（见 4.2.9）和 50 mL 水，溶解后再加入 0.2 mL 盐酸（见 4.2.2），移入 1000 mL 容量瓶中，定容至标线，摇匀。可使用有证标准溶液。

4.2.16 镉标准贮备液： $\rho(\text{Cd})=1000\text{ mg/L}$ 。

称取 1.0000 g 金属镉〔(Cd) 光谱纯〕置于 100 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸溶液（见 4.2.7），溶解后移入 1000 mL 容量瓶中，定容至标线，摇匀。可使用有证标准溶液。

4.2.17 铜、锌、铅混合标准中间液： $\rho=50\text{ mg/L}$ 。

移取铜、锌、铅的标准贮备液（见 4.2.10、4.2.11、4.2.12）各 5.00 mL 置于 100 mL 容量瓶中，用水定容至标线，摇匀。使用前现配。

4.2.18 铜、锌、铅混合标准使用液： $\rho=5\text{ mg/L}$ 。

移取铜、锌、铅混合标准中间液（见 4.2.17）10.00 mL 置于 100 mL 容量瓶中，用水定容至标线，摇匀。使用前现配。

4.2.19 镍标准中间液： $\rho(\text{Ni})=50\text{ mg/L}$ 。

移取镍标准贮备液（见 4.2.13）5.00 mL 置于 100 mL 容量瓶中，用水定容至标线，摇匀。使用前现配。

4.2.20 镍标准使用液： $\rho(\text{Ni})=5\text{ mg/L}$ 。

移取镍标准中间液（见 4.2.19）10.00 mL 置于 100 mL 容量瓶中，用水定容至标线，摇匀。使用前现配。

4.2.21 铬标准中间液： $\rho(\text{Cr})=50\text{ mg/L}$ 。

移取铬标准贮备液（见 4.2.14）5.00 mL 置于 100 mL 容量瓶中，用水定容至标线摇匀。使用前现配。

4.2.22 铬标准使用液： $\rho(\text{Cr})=5\text{ mg/L}$ 。

移取铬标准中间液（见 4.2.21）10.00 mL 置于 100 mL 容量瓶中，用水定容至标线，摇匀。使用前现配。

4.2.23 砷标准中间液： $\rho(\text{As})=10\text{ mg/L}$ 。

移取砷标准贮备液（见 4.2.15）1.00 mL 置于 100 mL 容量瓶中，用水定容至标线，摇匀。使用前

现配。

4.2.24 砷标准使用液： $\rho(\text{As}) = 100 \mu\text{g/L}$ 。

移取砷标准中间液（见 4.2.23）1.00 mL 置于 100 mL 容量瓶中，用水定容至标线，摇匀。使用前现配。

4.2.25 镉标准中间液： $\rho(\text{Cd}) = 0.5 \text{ mg/L}$ 。

移取镉标准贮备液（见 4.2.16）10.00 mL 置于 1000 mL 容量瓶中，用水定容至标线，摇匀。再取 5.00 mL 此溶液置于 100 mL 容量瓶中，用水定容至标线，摇匀。使用前现配。

4.2.26 镉标准使用液： $\rho(\text{Cd}) = 50 \mu\text{g/L}$ 。

移取镉标准中间液（见 4.2.25）10.0 mL 置于 100 mL 容量瓶中，用水定容至标线，摇匀。使用前现配。

4.2.27 硝酸镍溶液： $\rho(\text{Ni}) = 10 \text{ mg/mL}$ 。

称取 49.45 g 的 $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 置于 100 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸溶液（见 4.2.7），溶解后移入 1000 mL 容量瓶中，用水定容至标线，摇匀。

4.2.28 乙炔：纯度不低于 99.5%。

4.2.29 助燃气：空气，进入燃烧器前应除去其中的水、油和其他杂质。

4.2.30 氩气：纯度不低于 99.99%。

4.3 仪器设备

4.3.1 火焰原子吸收分光光度计、石墨炉原子吸收分光光度计：具有背景校正功能，配备砷、镉、铬、铜、镍、铅和锌元素空心阴极灯。

4.3.2 温控电热板：具有温控功能，最高温度可设定至 200 °C，温控精度 ± 2.5 °C。

4.3.3 分析天平：准确度 I 级，实际分度值为 0.1 mg。

4.3.4 干燥箱：温度可控，温度范围为 30 °C~200 °C。

4.3.5 筛：非金属筛，120 目（0.125 mm）。

4.3.6 玻璃量器：本文件除非另有说明，应符合国家 A 级标准，并应定期计量检定合格。

4.4 样品

4.4.1 样品的制备

将粉煤灰样品混匀，取 100 g 粉煤灰用玛瑙研钵研细到全部通过 120 目筛。置于试剂瓶中，用电热恒温干燥箱于 105 °C 烘干 2 h，存放于干燥器中。

4.4.2 试样的制备

4.4.2.1 制备方法选择

试样的制备可选用常压溶样法或高压溶样法。

4.4.2.2 常压溶样法

按如下步骤操作：

步骤 1：称取 0.25 g（精确至 0.1 mg）粉煤灰样品，置于 50 mL 聚四氟乙烯烧杯中。

步骤 2：于通风橱中，加入 1 mL 盐酸（见 4.2.2）和 3 mL 硝酸（见 4.2.3），再加入 1 mL 高氯酸（见 4.2.4）和 10 mL 氢氟酸（见 4.2.5）。在 120 °C~150 °C 的电热板上加热，蒸至微干（白烟冒尽）。

步骤 3：按步骤 2 重复一次。

- 步骤 4: 加 1 mL 高氯酸 (见 4.2.4) 蒸至微干。
- 步骤 5: 按步骤 4 重复一次。
- 步骤 6: 加入 1 mL 硝酸 (见 4.2.3) 及少量水, 加热溶解。
- 步骤 7: 待冷却后连同未溶物一并转移到 25 mL 容量瓶中, 用水定容至标线, 摇匀, 以备分析。

4.4.2.3 高压溶样法

按如下步骤操作:

- 步骤 1: 称取 0.25 g (精确至 0.1 mg) 粉煤灰样品, 置于 50 mL 聚四氟乙烯高压釜中。
- 步骤 2: 于通风橱中, 慢慢加入 1 mL 盐酸 (见 4.2.2) 和 3 mL 硝酸 (见 4.2.3), 再加入 1 mL 高氯酸 (见 4.2.4) 和 10 mL 氢氟酸 (见 4.2.5)。
- 步骤 3: 拧紧盖子放置约 12 h, 放入恒温干燥箱中, 逐渐升温到 180 °C, 恒温 8 h。
- 步骤 4: 取出冷却后打开盖子, 转移到聚四氟乙烯烧杯中, 在 120 °C~150 °C 的电热板上加热, 蒸至微干 (白烟冒尽)。
- 步骤 5: 加入 1 mL 高氯酸 (见 4.2.4) 蒸至微干。
- 步骤 6: 按步骤 5 重复一次。
- 步骤 7: 加入 1 mL 硝酸 (见 4.2.3) 及少量的水, 加热溶解。
- 步骤 8: 待冷却后连同未溶物一并转移至 25 mL 容量瓶中, 用水定容至标线, 摇匀, 以备分析。

4.4.3 空白试样的制备

不加样品, 按与试样制备相同的步骤 (见 4.4.2.2 或 4.4.2.3) 进行空白试样的制备。

4.5 分析步骤

4.5.1 铜、锌、铅、镍、铬的测定

4.5.1.1 仪器参数设置

将火焰原子吸收分光光度计按仪器操作说明书调节至最佳工作状态。仪器参数设置参见附录 B。

4.5.1.2 铜、锌、铅标准曲线的建立

移取铜、锌、铅混合标准使用液 (见 4.2.18) 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、8.00 mL、10.00 mL, 分别放入 50 mL 容量瓶中, 用硝酸溶液 (见 4.2.8) 定容至标线, 摇匀, 按仪器的最佳条件测其吸光度, 用各点的吸光度与对应测定元素浓度作图, 建立铜、锌、铅的标准曲线。铜、锌、铅的标准系列见表 1。

表 1 原子吸收分光光度法标准系列

标准溶液序号	1	2	3	4	5	6
加入标准使用液的体积 mL	0.00	1.00	2.00	5.00	8.00	10.00
铜、锌、铅 mg/L	0	0.10	0.20	0.50	0.80	1.00
镍 mg/L	0	0.10	0.20	0.50	0.80	1.00
铬 mg/L	0	0.10	0.20	0.50	0.80	1.00

表 1（续）

标准溶液序号	1	2	3	4	5	6
砷 μg/L	0	2	4	10	16	20
镉 μg/L	0	1	2	5	8	10

4.5.1.3 镍标准曲线的建立

移取镍标准使用液（见 4.2.20）0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、8.00 mL、10.00 mL，分别放入 50 mL 容量瓶中，用硝酸溶液（见 4.2.8）定容至标线，摇匀，按仪器的最佳条件测其吸光度，用各点的吸光度与对应测定元素浓度作图，建立镍的标准曲线。镍的标准系列见表 1。

4.5.1.4 铬标准曲线的建立

移取铬标准使用液（见 4.2.22）0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、8.00 mL、10.00 mL，分别放入 50 mL 容量瓶中，用硝酸溶液（见 4.2.8）定容至标线，摇匀，按仪器的最佳条件测其吸光度，用各点的吸光度与对应测定元素浓度作图，建立铬的标准曲线。铬的标准系列见表 1。

4.5.1.5 试样中铜、锌、铅、镍、铬的测定

按照与建立标准曲线相同的条件，测定试样（见 4.4.2.2 或 4.4.2.3）的吸光度，从标准曲线上查出待测元素浓度。试样测定过程中，若待测元素浓度超出标准曲线范围，试样需稀释后重新测定。

4.5.2 砷、镉的测定

4.5.2.1 仪器参数设置

将石墨炉原子吸收分光光度计按仪器操作说明书调节至最佳工作状态。仪器参数设置参见附录 B。

4.5.2.2 砷标准曲线的建立

移取砷标准使用液（见 4.2.24）0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、8.00 mL、10.00 mL，分别置于 50 mL 容量瓶中，再加入 1 mL 硝酸镍溶液（见 4.2.27），用硝酸溶液（见 4.2.8）定容至标线，摇匀，按仪器的最佳条件测其吸光度，用各点的吸光度与其对应测定元素浓度作图，建立砷的标准曲线。砷的标准系列见表 1。

4.5.2.3 镉标准曲线的建立

移取镉标准使用液（见 4.2.26）0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、8.00 mL、10.00 mL，分别置于 50 mL 容量瓶中，用硝酸溶液（见 4.2.8）定容至标线，摇匀，按仪器的最佳条件测其吸光度，用各点的吸光度与其对应测定元素浓度作图，建立镉的标准曲线。镉的标准系列见表 1。

4.5.2.4 试样中砷、镉的测定

按照与建立标准曲线相同的条件，测定试样（见 4.4.2.2 或 4.4.2.3）的吸光度，在标准曲线上查出待测元素浓度。试样测定过程中，若待测元素浓度超出标准曲线范围，试样需稀释后重新测定。

4.5.3 空白试验

按照与试样测定相同的操作步骤（见 4.5.1 或 4.5.2）测定空白试样（见 4.4.3）。

4.6 结果计算与表示

粉煤灰中待测元素的含量 ω 按照公式 (1) 计算, 结果应符合数值修约原则, 小数位数与方法检出限保持一致。

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

式中:

- ω ——粉煤灰中待测元素含量, 单位为毫克每千克 (mg/kg);
- ρ_1 ——在标准曲线上查出试样中待测元素的质量浓度, 单位为毫克每升 (mg/L);
- ρ_0 ——空白试验待测元素的质量浓度, 单位为毫克每升 (mg/L);
- V ——消解后试样的定容体积, 单位为毫升 (mL);
- m ——样品质量, 单位为克 (g);
- f ——试样的稀释倍数。

4.7 精密度与准确度

精密度和准确度结果见附录 C。

4.8 质量保证与质量控制

- 4.8.1 仪器应在有效期内使用, 并定期检定。
- 4.8.2 每批样品至少做 1 个实验室空白, 所测元素的空白值不应超过方法测定下限。
- 4.8.3 每批样品分析均应建立标准曲线, 标准曲线的相关系数不应小于 0.995。
- 4.8.4 每 10 个样品做 1 个平行双样, 样品数量少于 10 个时, 应至少测定一个平行双样, 各元素测定结果的实验室内相对标准偏差应小于 20%。
- 4.8.5 实验中使用的聚四氟乙烯容器和玻璃容器均应用硝酸溶液 (见 4.2.7) 浸泡 12 h 以上, 用自来水和实验用水依次冲洗干净, 置于干净的环境中晾干。

5 电感耦合等离子体发射光谱法

5.1 方法原理

粉煤灰样品经酸消解后, 试样进入电感耦合等离子体发射光谱仪的雾化器中被雾化, 由氩载气带入等离子体火炬中, 待测元素在等离子体火炬中被气化、电离、激发并辐射出特征谱线。特征谱线的强度与试样中待测元素的含量在一定范围内成正比。

5.2 试剂或材料

- 5.2.1 过氧化氢: $\varphi(\text{H}_2\text{O}_2) = 30\%$, 优级纯。
- 5.2.2 其他试剂见 4.2.1~4.2.16。
- 5.2.3 多元素混合标准使用溶液。根据元素间相互干扰的情况和标准溶液的性质分组制备, 标准溶液的酸性介质与待测试样的酸性介质保持一致, 均为 1% 的硝酸。多元素混合标准使用溶液分组情况见表 2。

表 2 多元素混合标准使用溶液分组情况

分 组	元 素
1	As
2	Cd
3	Cr、Cu、Ni、Pb、Zn

砷标准使用溶液浓度为 500 μg/L。移取砷标准贮备液（见 4.2.15）1.00 mL 置于 100 mL 容量瓶中，用水定容至标线，摇匀，得到浓度为 10 mg/L 的砷标准中间液，再移取 5.00 mL 砷标准中间液置于 100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液（见 4.2.8）定容至标线，摇匀。使用前现配。

镉标准使用溶液浓度为 100 μg/L。移取镉标准贮备液（见 4.2.16）1.00 mL 置于 100 mL 容量瓶中，用水定容至标线，摇匀，得到浓度为 10 mg/L 的镉标准中间液，再移取 1.00 mL 镉标准中间液置于 100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液（见 4.2.8）定容至标线，摇匀。使用前现配。

铜、锌、铅、镍、铬混合标准使用溶液浓度为 5 mg/L。移取铜、锌、铅、镍、铬的标准贮备液（见 4.2.10、4.2.11、4.2.12、4.2.13、4.2.14）各 5.00 mL 置于 100 mL 容量瓶中，用水定容至标线，摇匀，得到浓度为 50 mg/L 的铜、锌、铅、镍、铬混合标准中间液，再移取 10.00 mL 铜、锌、铅、镍、铬混合标准中间液置于 100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液（见 4.2.8）定容至标线，摇匀。使用前现配。

5.3 仪器设备

- 5.3.1 电感耦合等离子体发射光谱仪：具有背景校正发射光谱计算机控制系统。
- 5.3.2 微波消解装置：具有程序化消解设定功能，功率为 600 W~1500 W，配备聚四氟乙烯或同等材质的微波消解罐。
- 5.3.3 其他仪器设备见 4.3.2~4.3.6。

5.4 样品

5.4.1 样品的制备

按 4.4.1 进行。

5.4.2 试样的制备

- 5.4.2.1 称取 0.25 g（精确至 0.1 mg）粉煤灰样品于微波消解罐中，用少量水润湿。
- 5.4.2.2 在通风橱中，向微波消解罐中依次加入 9 mL 硝酸（见 4.2.3）、2 mL 盐酸（见 4.2.2）、3 mL 氢氟酸（见 4.2.5）及 1 mL 过氧化氢（见 5.2.1），按照表 3 的升温程序进行消解。

表 3 微波消解升温程序

升温时间 min	消解温度 ℃	保持时间 min
5	室温~120	3
3	120~160	3
3	160~180	10

- 5.4.2.3 微波消解后的样品需冷却至少 15 min 后取出，用少量水将微波消解罐中全部内容物转移至 50 mL 聚四氟乙烯坩埚中，加入 2 mL 高氯酸（见 4.2.4），置于电热板上在 160℃~180℃加热至白烟冒尽，且内容物呈黏稠状。
- 5.4.2.4 取下坩埚稍冷，加入 2 mL 硝酸溶液（见 4.2.8），温热溶解残渣。冷却后转移至 25 mL 容量瓶中，用适量硝酸溶液（见 4.2.8）淋洗坩埚，将淋洗液全部转移至 25 mL 容量瓶中，用硝酸溶液（见 4.2.8）定容至标线，混匀，待测。最终消解后仍有颗粒物沉淀，则需离心或以 0.45 μm 膜过滤后定容。
- 5.4.2.5 不加样品，按与试样制备相同的步骤（见 5.4.2.2~5.4.2.4）进行空白试样的制备。

5.5 分析步骤

5.5.1 仪器参数设置

不同型号的电感耦合等离子体发射光谱仪最佳测试条件不同，根据仪器说明书要求优化测试条件。仪器参数设置参见附录 B。

5.5.2 标准曲线的建立

按表 4 分别移取一定体积的多元素混合标准使用溶液（见 5.2.3）配制系列标准曲线，各浓度点用硝酸溶液（见 4.2.8）定容至 50.0 mL。将标准溶液由低浓度到高浓度依次导入电感耦合等离子体发射光谱仪，按照设置的仪器工作参数测量发射强度。以待测元素系列质量浓度为横坐标，发射强度值为纵坐标，建立待测元素的标准曲线。

表 4 电感耦合等离子体发射光谱法标准系列

标准溶液序号	1	2	3	4	5	6
加入标准使用溶液的体积 mL	0.00	2.00	4.00	6.00	8.00	10.00
砷 μg/L	0	20	40	60	80	100
镉 μg/L	0	4	8	12	16	20
铜、锌、铅、镍、铬 mg/L	0	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00

5.5.3 试样测定

分析前，用硝酸溶液（见 4.2.8）冲洗系统，待分析信号稳定后，在与建立标准曲线相同的条件下分析试样（见 5.4.2.4）。试样测定过程中，若待测元素浓度超出标准曲线范围，试样需稀释后重新测定。

5.5.4 空白试验

按照与试样测定相同的操作步骤（见 5.5.3）测定空白试样（见 5.4.2.5）。

5.6 结果计算与表示

结果计算与表示见 4.6。

5.7 精密度与准确度

精密度和准确度结果见附录 C。

5.8 质量保证与质量控制

质量保证与质量控制见 4.8。

附 录 A

(规范性)

各元素的方法检出限和测定下限

方法检出限和测定下限见表 A.1。

表 A.1 方法检出限和测定下限

序号	元素	原子吸收分光光度法		电感耦合等离子体发射光谱法	
		检出限 mg/kg	测定下限 mg/kg	检出限 mg/kg	测定下限 mg/kg
1	As	0.2	0.8	0.4	1.6
2	Cd	0.01	0.04	0.1	0.4
3	Cr	4.0	16.0	0.5	2.0
4	Cu	1.0	4.0	0.4	1.6
5	Ni	3.0	12.0	0.4	1.6
6	Pb	4.0	16.0	1.4	5.6
7	Zn	1.0	4.0	1.2	4.8

附录 B
(资料性)
仪器参数设置

不同型号的仪器最佳测试条件不同，根据仪器说明书要求优化测试条件。仪器工作参数设置见表 B.1～表 B.3。

表 B.1 火焰原子吸收分光光度计工作参数

分析元素	灯电流 mA	波长 nm	狭缝 nm	氧化性气体	燃气	燃烧器高度 mm
Cu	7.5	324.8	1.3	空气	乙炔	7.5
Zn	10.0	213.0	1.3		乙炔	7.5
Pb	7.5	283.3	1.3		乙炔	7.5
Ni	10.0	232.0	0.2		乙炔	10.0
Cr	7.5	359.3	1.3		乙炔	7.5

表 B.2 石墨炉原子吸收分光光度计工作参数

分析元素	As	Cd
灯电流 mA	17.5	7.5
波长 nm	193.7	228.8
狭缝 nm	1.3	1.3
石墨容器	石墨管	石墨管
载气流量 mL/min	200	200
中断气 mL/min	30	30
进样体积 μL	20	20
干燥温度/时间	80℃～120℃/30 s	80℃～120℃/30 s
灰化温度/时间	300℃～500℃/30 s	200℃～400℃/30 s
原子化温度/时间	2800℃/10 s	1500℃/10 s
清洗温度/时间	2900℃/3 s	1800℃/3 s

表 B.3 电感耦合等离子体发射光谱仪工作参数

高频功率 kW	反射功率 W	载气流量 L/min	蠕动泵转速 r/min	流速 mL/min	测定时间 s
1.0～1.6	<5	1.0～1.5	100～120	0.2～2.5	1～20

附 录 C
(资料性)
精 密 度 和 准 确 度

原子吸收分光光度法的精密度和准确度见表 C.1，不同组别的粉煤灰电感耦合等离子体发射光谱法的精密度分别见表 C.2～表 C.5，准确度分别见表 C.6 和表 C.7。

表 C.1 原子吸收分光光度法精密度和准确度

分析元素	元素浓度 mg/L	重复性相对标 准偏差	重复性 mg/L	再现性相对标 准偏差	再现性 mg/L	准确度 (相对误差)
As	11.4±0.6	7.4%	2.4	8.3%	2.6	1.0%
Cd	0.16±0.6	9.3%	0.04	11.2%	0.05	5.6%
Cr	60±7	3.2%	5.4	5.8%	9.7	1.7%
Cu	53±4	2.4%	3.7	2.8%	4.2	2.6%
Ni	59.9±3.1	3.0%	5.1	3.0%	5.1	1.1%
Pb	33.8±4.4	4.7%	4.4	5.0%	4.8	3.2%
Zn	61±7	3.6%	6.0	5.7%	9.9	2.5%

表 C.2 电感耦合等离子体发射光谱法精密度（第 1 组）

序 号	元 素	均值 mg/kg	相对标准偏差 %
1	As	—	—
2	Cd	—	—
3	Cr	98.2	1.1
4	Cu	83.7	1.6
5	Ni	42.2	2.1
6	Pb	223.0	1.4
7	Zn	216.7	1.5

注：样品为第 1 组粉煤灰样品，“—”表示未检出。

表 C.3 电感耦合等离子体发射光谱法精密度（第 2 组）

序 号	元 素	均值 mg/kg	相对标准偏差 %
1	As	63.6	3.5
2	Cd	67.3	0.6
3	Cr	168.8	0.9
4	Cu	174.2	1.0
5	Ni	111.4	0.9
6	Pb	303.8	1.6
7	Zn	303.3	1.1

注：样品为第 2 组粉煤灰样品。

表 C.4 电感耦合等离子体发射光谱法精密度（第 3 组）

序 号	元 素	均值 mg/kg	相对标准偏差 %
1	As	—	—
2	Cd	—	—
3	Cr	44.2	0.5
4	Cu	47.1	1.5
5	Ni	28.9	1.0
6	Pb	165.6	1.0
7	Zn	60.2	2.3
注：样品为第 3 组粉煤灰样品，“—”表示未检出。			

表 C.5 电感耦合等离子体发射光谱法精密度（第 4 组）

序 号	元 素	均值 mg/kg	相对标准偏差 %
1	As	73.2	3.4
2	Cd	75.6	0.8
3	Cr	119.5	0.5
4	Cu	142.3	0.9
5	Ni	105.4	0.9
6	Pb	263.5	1.4
7	Zn	149.9	1.1
注：样品为第 4 组粉煤灰样品。			

表 C.6 电感耦合等离子体发射光谱法准确度（第 1 组）

序 号	元 素	浓度 mg/kg	加标量 mg/L	加标回收率 %
1	As	—	0.4	87.8
2	Cd	—	0.4	92.8
3	Cr	98.2	0.4	102.0
4	Cu	83.7	0.4	128.8
5	Ni	42.2	0.4	97.5
6	Pb	223.0	0.4	122.0
7	Zn	216.7	0.4	129.8
注：样品为第 1 组粉煤灰样品，“—”表示未检出。				

表 C.7 电感耦合等离子体发射光谱法准确度（第 2 组）

序 号	元 素	浓度 mg/kg	加标量 mg/L	加标回收率 %
1	As	—	0.4	93.5
2	Cd	—	0.4	96.8

表 C.7 (续)

序 号	元 素	浓度 mg/kg	加标量 mg/L	加标回收率 %
3	Cr	44.2	0.4	97.0
4	Cu	47.1	0.4	122.5
5	Ni	28.9	0.4	98.5
6	Pb	165.6	0.4	128.3
7	Zn	60.2	0.4	115.8
注：样品为第 2 组粉煤灰样品，“—”表示未检出。				