

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 803-2016

土壤和沉积物 12 种金属元素的测定 王水提取-电感耦合等离子体质谱法

Soil and sediment—Determination of aqua regia extracts of 12 metal elements

-Inductively coupled plasma mass spectrometry

2016-06-24 发布

2016-08-01 实施

中华人民共和国环境保护部 公告

2016年 第47号

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》,保护环境,保障人体健康,规范环境监测工作,现批准《土壤 电导率的测定 电极法》等六项标准为国家环境保护标准,并予发布。标准名称、编号如下:

- 一、《土壤 电导率的测定 电极法》(HJ 802—2016);
- 二、《土壤和沉积物 12 种金属元素的测定 王水提取-电感耦合等离子体质谱法》(HJ 803-2016):
- 三、《土壤 8 种有效态元素的测定 二乙烯三胺五乙酸浸提-电感耦合等离子体发射光谱法》(HJ 804—2016);
 - 四、《土壤和沉积物 多环芳烃的测定 气相色谱-质谱法》(HJ 805—2016);
 - 五、《水质 丙烯腈和丙烯醛的测定 吹扫捕集/气相色谱法》(HJ 806—2016);
 - 六、《水质 钼和钛的测定 石墨炉原子吸收分光光度法》(HJ 807—2016)。
- 以上标准自 2016 年 8 月 1 日起实施,由中国环境出版社出版,标准内容可在环境保护部网站(kjs.mep.gov.cn/hjbhbz/)查询。

特此公告。

环境保护部 2016年6月24日

目 次

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 3 7 样品 3 8 分析步骤 4 9 结果计算与表示 5 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 (资料性附录) 多原子离子干扰和干扰校正方程 8 附录 B (资料性附录) 方法的精密度和准确度汇总数据 10	前	青	 iv
2 规范性引用文件	1	适用范围	 1
3 方法原理 1 4 干扰和消除 2 5 试剂和材料 3 6 仪器和设备 3 7 样品 3 8 分析步骤 4 9 结果计算与表示 5 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(资料性附录) 多原子离子干扰和干扰校正方程 8	2		
4 干扰和消除 2 5 试剂和材料 2 6 仪器和设备 3 7 样品 3 8 分析步骤 4 9 结果计算与表示 5 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 (资料性附录) 多原子离子干扰和干扰校正方程	3		
5 试剂和材料 2 6 仪器和设备 3 7 样品 3 8 分析步骤 4 9 结果计算与表示 5 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(资料性附录) 多原子离子干扰和干扰校正方程 8	4	干扰和消除	 2
6 仪器和设备		试剂和材料	 2
7 样品	6	仪器和设备	 3
8 分析步骤	7	样品	 3
9 结果计算与表示	8	分析步骤	 4
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(资料性附录) 多原子离子干扰和干扰校正方程 8			
12 废物处理	10	精密度和准确度	 6
12 废物处理	11	质量保证和质量控制	 6
13 注意事项	12		
附录 A(资料性附录) 多原子离子干扰和干扰校正方程	13		
	附表		
	附表		

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》,保护环境,保障人体健康,规范土壤和沉积物中金属元素的测定方法,制定本标准。

本标准规定了用王水提取测定土壤和沉积物中镉、钴、铜、铬、锰、镍、铅、锌、钒、砷、钼、锑 共 12 种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 和附录 B 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:云南省环境监测中心站。

本标准验证单位:四川省环境监测总站、江苏省环境监测中心、云南省农业科学院质量标准与检测技术研究所、重庆市环境监测中心、曲靖市环境监测站和泰州市环境监测中心站。

本标准环境保护部 2016年6月24日批准。

本标准自2016年8月1日起实施。

本标准由环境保护部解释。

土壤和沉积物 12 种金属元素的测定 王水提取-电感耦合等离子体质谱法

警告: 硝酸和盐酸具有强腐蚀性和强氧化性,操作时应按规定要求佩戴防护用品,避免接触 皮肤和衣服。样品的预处理过程应在通风橱中进行操作。

1 适用范围

本标准规定了测定土壤和沉积物王水提取液中 12 种金属元素的电感耦合等离子体质谱法。

本标准适用于土壤和沉积物中镉(Cd)、钴(Co)、铜(Cu)、铬(Cr)、锰(Mn)、镍(Ni)、铅(Pb)、锌(Zn)、钒(V)、砷(As)、钼(Mo)、锑(Sb) 共 12 种金属元素的测定。若通过验证,本标准也可适用于其他金属元素的测定。

当取样量为 0.10 g, 消解后定容体积为 50 ml 时, 12 种金属元素的方法检出限和测定下限见表 1。

表 1 方法检出限和测定下限

单位: mg/kg

	元素	镉	钴	铜	铬	锰	镍	铅	锌	钒	砷	钼	锑
电热板消解	方法 检出限	0.07	0.03	0.5	2	0.7	2	2	7	0.7	0.6	0.1	0.3
1月7年	测定下限	0.28	0.12	2.0	8	2.8	8	8	28	2.8	2.4	0.4	1.2
微波消解	方法 检出限	0.09	0.04	0.6	2	0.4	1	2	1	0.4	0.4	0.05	0.08
117/11	测定下限	0.36	0.16	2.4	8	1.6	4	8	4	1.6	1.6	0.20	0.32

2 规范性引用文件

本标准引用了下列文件或其中的条款。凡是未注明日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。 HJ/T 166 土壤环境监测技术规范

HJ 613 土壤 干物质和水分的测定 重量法

GB 17378.3 海洋监测规范 第 3 部分: 样品采集、贮存与运输

GB 17378.5 海洋监测规范 第 5 部分: 沉积物分析

3 方法原理

土壤和沉积物样品用盐酸/硝酸(王水)混合溶液经电热板或微波消解仪消解后,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。

试样由载气带入雾化系统进行雾化后,目标元素以气溶胶形式进入等离子体的轴向通道,在高温和惰性气体中被充分蒸发、解离、原子化和电离,转化成带电荷的正离子经离子采集系统进入质谱仪,质谱仪根据离子的质荷比进行分离并定性、定量分析。在一定浓度范围内,离子的质荷比所对应的响应值与其浓度成正比。

4 干扰和消除

4.1 质谱干扰

质谱干扰主要包括多原子离子干扰、同量异位素干扰、氧化物和双电荷离子干扰等。

多原子离子干扰是 ICP-MS 最主要的干扰来源,可利用干扰校正方程、仪器优化以及碰撞反应池技术加以解决,常见的多原子离子干扰见附录 A 中的表 A.1。同量异位素干扰可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,主要的干扰校正方程见附录 A 中的表 A.2。氧化物干扰和双电荷干扰可通过调节仪器参数降低影响。

4.2 非质谱干扰

非质谱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。其干扰程度与样品基体性质有关,可采用稀释样品、内标法、优化仪器条件等措施消除和降低干扰。

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试剂。实验用水为新制备的去离子水或同等纯度的水。

- 5.1 盐酸: ρ (HCl) =1.19 g/ml。
- 5.2 硝酸: ρ (HNO₃) =1.42 g/ml。
- 5.3 盐酸-硝酸溶液 (王水): 3+1, 用(5.1) 和(5.2) 配制。
- 5.4 硝酸溶液: c (HNO₃) = 0.5 mol/L,用(5.2)配制。
- 5.5 硝酸溶液: 2+98, 用(5.2)配制。
- 5.6 硝酸溶液: 1+4,用(5.2)配制。
- 5.7 标准溶液

5.7.1 单元素标准储备液

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 100~1 000 mg/L 含硝酸溶液 (5.4)的标准储备溶液,溶液酸度保持在 1.0% (V/V)以上。亦可购买市售有证标准物质。

5.7.2 多元素混合标准储备液: $\rho = 10.0 \text{ mg/L}$.

用硝酸溶液 (5.4) 稀释单元素标准储备液 (5.7.1) 配制。亦可购买市售有证标准物质。

5.7.3 多元素标准使用液: ρ = 200 μg/L。

用硝酸溶液 (5.4) 稀释标准储备液 (5.7.1 或 5.7.2) 配制成多元素混合标准使用液。亦可购买市售有证标准物质。

5.7.4 内标标准储备液: $\rho = 10.0 \text{ mg/L}$.

宜选用 6 Li、 45 Sc、 74 Ge、 89 Y、 103 Rh、 115 In、 185 Re、 209 Bi 为内标元素。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。亦可购买市售有证标准物质进行配制,介质为硝酸溶液 (5.4)。 5.7.5 内标标准使用液: $\rho=100~\mu g$ /L。

用硝酸溶液(5.4)稀释内标储备液(5.7.4)配制成内标标准使用液。由于不同仪器使用的蠕动泵管管径不同,在线加入内标时,加入的浓度也不同,因此在配制内标标准使用液时应使内标元素在试样中的浓度为10~50 μg/L。

5.7.6 调谐液: $\rho = 10$ μg/L。

宜选用含有 Li、Be、Mg、Y、Co、In、Tl、Pb 和 Bi 元素的溶液为质谱仪的调谐溶液。可用高纯度

的金属(纯度大于 99.99%)或相应的金属盐类(基准或高纯试剂)进行配制,亦可直接购买市售有证标准物质。

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。

- 5.8 慢速定量滤纸。
- 5.9 载气: 氩气, 纯度≥99.999%。

6 仪器和设备

- 6.1 电感耦合等离子体质谱仪: 能够扫描的质量范围为 $5\sim250~\mathrm{u}$,分辨率在 10%峰高处的峰宽应介于 $0.6\sim0.8~\mathrm{u}$ 。
- 6.2 温控电热板:控制精度±0.2℃,最高温度可设定至250℃。
- **6.3** 微波消解仪:输出功率 $1\,000\sim1\,600\,W$ 。具有可编程控制功能,可对温度、压力和时间(升温时间和保持时间)进行全程监控,具有安全防护功能。
- 6.4 分析天平: 精度为 0.000 1 g。
- 6.5 聚四氟乙烯密闭消解罐:可抗压、耐酸、耐腐蚀,具有泄压功能。
- 6.6 锥形瓶: 100 ml。
- 6.7 玻璃漏斗。
- 6.8 容量瓶: 50 ml。
- 6.9 尼龙筛: 0.15 mm (100 目)。
- 6.10 一般实验室常用仪器和设备。

7 样品

7.1 样品采集与保存

按照 HJ/T 166 的相关规定采集和保存土壤样品,按照 GB 17378.3 的相关规定采集和保存沉积物样品。样品采集、运输和保存过程应避免沾污和待测元素损失。

7.2 水分的测定

土壤样品干物质测定按照 HJ 613 执行, 沉积物样品含水率按照 GB 17378.5 执行。

7.3 样品的制备

除去样品中的枝棒、叶片、石子等异物,按照 HJ/T 166 和 GB 17378.5 的要求,将采集的样品进行风干、粗磨、细磨至过孔径 0.15 mm (100 目) 筛 (6.9)。样品的制备过程应避免沾污和待测元素损失。

7.4 试样的制备

7.4.1 电热板加热消解

移取 15 ml 王水(5.3)于 100 ml 锥形瓶中,加入 3 粒或 4 粒小玻璃珠,放上玻璃漏斗 (6.7),于 电热板上加热至微沸,使王水蒸气浸润整个锥形瓶内壁约 30 min,冷却后弃去,用实验用水洗净锥形瓶内壁,晾干待用。

称取待测样品 0.1 g (精确至 0.000 1 g),置于上述已准备好的 100 ml 锥形瓶中,加入 6 ml 王水溶液 (5.3),放上玻璃漏斗 (6.7),于电热板上加热,保持王水处于微沸状态 2 h (保持王水蒸气在瓶壁和玻璃漏斗上回流,但反应不能过于剧烈而导致样品溢出)。消解结束后静置冷却至室温,用慢速定量滤

纸 (5.8) 将提取液过滤收集于 50 ml 容量瓶 (6.8)。待提取液滤尽后,用少量硝酸溶液 (5.4) 清洗玻璃漏斗、锥形瓶和滤渣至少 3 次,洗液一并过滤收集于容量瓶中,用实验用水定容至刻度。

7.4.2 微波消解

称取待测样品 0.1 g(精确至 0.000 1 g),置于聚四氟乙烯密闭消解罐(6.5)中,加入 6 ml 王水(5.3)。将消解罐安置于消解罐支架,放入微波消解仪中,按照表 2 提供的微波消解参考程序进行消解,消解结束后冷却至室温。打开密闭消解罐,用慢速定量滤纸(5.8)将提取液过滤收集于 50 ml 容量瓶(6.8)中。待提取液滤尽后,用少量硝酸溶液(5.4)清洗聚四氟乙烯消解罐的盖子内壁、罐体内壁和滤渣至少 3 次,洗液一并过滤收集于容量瓶中,用实验用水定容至刻度。也可参照微波消解仪说明书,优化其功率、升温时间、温度、保持时间等参数。

步骤	升温时间/min	目标温度/℃	保持时间/min
1	5	120	2
2	4	150	5
3	5	185	40

表 2 微波消解参考程序

7.5 实验室空白试样的制备

不加样品,按照与试样的制备(7.4)相同步骤制备实验室空白试样。

8 分析步骤

8.1 仪器调谐

点燃等离子体后,仪器预热稳定 30 min。用质谱仪调谐液(5.7.6)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、氧化物和双电荷满足要求的条件下,质谱仪给出的调谐液中所含元素信号强度的相对标准偏差应不大于 5%。在涵盖待测元素的质量范围内进行质量校正和分辨率校验,如质量校正结果与真实值差值超过±0.1 u或调谐元素信号的分辨率在 10%峰高处所对应的峰宽超过 0.6~0.8 u 的范围,应按照仪器使用说明书对质谱仪进行校正。

8.2 仪器参考条件

仪器参考条件见表 3, 推荐使用和同时检测的同位素以及对应内标物见表 4。

功率/W	雾化器	采样锥和 截取锥	载气流速/ (L/min)	采样深度/ mm	内标加入方式	检测方式
1 240	高盐雾化器	镍	1.10	6.9	在线加入内标: 锗、铟、铋等多元素混合标准溶液	自动测定 3次

表 3 仪器参考条件

表 4 推荐使用和同时检测的质量数以及对应内标物

元素	质量数	内标	元素	质量数	内标
镉	111, 114	Rh 或 In	铅	<u>206</u> , <u>207</u> , <u>208</u>	Re 或 Bi
钴	59	Sc 或 Ge	锌	<u>66</u> , 67, 68	Ge
铜	63, 65	Ge	钒	<u>51</u>	Sc 或 Ge
铬	<u>52</u> , 53	Sc 或 Ge	砷	<u>75</u>	Ge
锰	55	Sc 或 Ge	钼	95, <u>98</u>	Rh
镍	<u>60</u> , 62	Sc 或 Ge	锑	<u>121</u> , 123	Rh 或 In
注:下画线板	示识为推荐使用的质量	数。			

8.3 标准曲线的绘制

分别移取一定体积的多元素标准使用液(5.7.3)于同一组 100 ml 容量瓶中,用硝酸溶液(5.4)稀释定容至刻度,混匀。以硝酸溶液(5.4)为标准系列的最低浓度点,另制备至少 5 个浓度点的标准系列。标准系列浓度见表 5。内标标准使用液(5.7.5)可直接加入到标准系列中,也可通过蠕动泵在线加入。内标应选择试样中不含有的元素,或浓度远大于试样本身含量的元素。按优化的仪器参考条件(8.2),将标准系列从低浓度到高浓度依次导入雾化器进行分析,以各元素的质量浓度为横坐标,对应的响应值和内标响应值的比值为纵坐标,建立标准曲线。标准曲线的质量浓度范围可根据测定实际需要进行调整。

元素	$ ho_0$ / (µg/L)	$\rho_{\rm l}/~(\mu {\rm g/L})$	ρ_2 / (µg/L)	ρ_3 / (µg/L)	ρ ₄ / (μg/L)	ρ ₅ / (μg/L)
镉	0	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0
钴	0	10.0	20.0	40.0	60.0	80
铜	0	25.0	50.0	75.0	100	150
铬	0	25.0	50.0	100	150	200
锰	0	200	400	600	800	1 000
镍	0	10.0	20.0	50.0	80.0	100
铅	0	20.0	40.0	60.0	80.0	100
锌	0	20.0	40.0	80.0	160	320
钒	0	20.0	40.0	80.0	160	320
砷	0	10.0	20.0	30.0	40.0	50.0
钼	0	1.0	2.0	3.0	4.0	5.0
	0	1.0	2.0	3.0	4.0	5.0

表 5 标准系列溶液质量浓度

8.4 试样的测定

每个试样测定前,用硝酸溶液(5.5)冲洗系统直至信号降至最低,待分析信号稳定后开始测定。 按照与建立标准曲线(8.3)相同的仪器参考条件和操作步骤进行试样的测定。若试样中待测目标元素 浓度超出标准曲线范围,须经稀释后重新测定,稀释液使用硝酸溶液(5.4),稀释倍数为 f。

8.5 实验室空白试样的测定

按照与试样的测定(8.4)相同的仪器参考条件和操作步骤测定实验室空白试样。

9 结果计算与表示

9.1 结果计算

9.1.1 土壤样品中各金属元素的含量 w_1 (mg/kg),按照式(1)进行计算。

$$w_1 = \frac{(\rho - \rho_o) \times V \times f}{m \times W_{dm}} \times 10^{-3}$$
 (1)

式中: w1 —— 土壤样品中金属元素的含量, mg/kg;

 ρ —— 由标准曲线计算所得试样中金属元素的质量浓度, μ g/L;

 ρ_o —— 实验室空白试样中对应金属元素的质量浓度, μ g/L;

 $V \longrightarrow$ 消解后试样的定容体积, ml:

f --- 试样的稀释倍数;

m — 称取过筛后样品的质量, g;

W_{dm} ---- 土壤样品干物质的含量,%。

9.1.2 沉积物样品中各金属元素的含量 w_2 (mg/kg),按照式(2)进行计算。

$$w_2 = \frac{(\rho - \rho_o) \times V \times f}{m \times (1 - W_{H,O})} \times 10^{-3}$$
 (2)

式中: w2 — 沉积物样品中金属元素的含量, mg/kg;

 ρ —— 由标准曲线计算所得试样中金属元素的质量浓度, μ g/L;

 ρ_o —— 实验室空白试样中该金属元素的质量浓度, μ g/L;

V —— 消解后试样的定容体积, ml;

f —— 试样的稀释倍数;

m --- 称取过筛后样品的质量, g;

 $W_{\rm H,o}$ — 沉积物样品含水率,%。

9.2 结果表示

测定结果小数位数的保留与方法检出限一致,最多保留三位有效数字。

10 精密度和准确度

10.1 精密度

6家实验室分别用电热板消解法和微波消解法对 5 种不同含量水平的统一标准土壤样品和沉积物样品进行测定,电热板消解法的精密度汇总数据见附录 B 中的表 B.1,微波消解法的精密度汇总数据见附录 B 中的表 B.2。

10.2 准确度

6家实验室分别用电热板消解法和微波消解法对2种不同含量水平的统一标准土壤样品和沉积物样品进行测定,电热板消解法的准确度汇总数据见附录B中的表B.3,微波消解法的准确度汇总数据见附录B中的表B.4。

11 质量保证和质量控制

11.1 每批样品至少做2个实验室空白试样,其测定结果均应低于测定下限。

11.2 每次分析应建立标准曲线,其相关系数应大于 0.999。每 20 个样品或每批次 (少于 20 个样品/批)样品,应分析一个标准曲线中间浓度点,其测定结果与实际浓度值的相对偏差应不大于 10%,否则应查找原因或重新建立标准曲线。每 20 个样品或每批次 (少于 20 个样品/批)样品分析完毕后,应进行一次标准曲线零点分析,其测定结果与实际浓度值的相对偏差应不大于 30%。

11.3 每批次样品至少按 10%的比例进行平行双样测定,样品数量少于 10 个时,应至少测定一个平行双样。平行双样测定结果中,电热板消解测定钴(Co)、铜(Cu)、铬(Cr)、锰(Mn)、镍(Ni)、铅(Pb)、锌(Zn)、钒(V)、砷(As)的相对偏差应小于 30%,镉(Cd)、钼(Mo)、锑(Sb)的相对偏差应小于 40%;微波消解测定 12 种金属元素的相对偏差应小于 30%。

11.4 每批次样品至少分析 10%的加标回收样,样品数量小于 10 个时,应至少做一个加标回收样。加

标回收样测定结果中,电热板消解测定镉(Cd)、钴(Co)、铜(Cu)、铬(Cr)、锰(Mn)、镍(Ni)、铅(Pb)、锌(Zn)、钒(V)、砷(As)的加标回收率应控制在 70%~125%之间,钼(Mo)、锑(Sb)的加标回收率应控制在 50%~125%之间;微波消解测定 12 种金属元素的加标回收率应控制在 70%~125%之间。

- 11.5 ICP-MS 对试剂纯度要求较高,应使用纯度高的试剂,且每批次试剂须通过空白实验检验,试剂空白值不得大于方法检出限。同一批次样品应使用同一批次实验用水,实验用水应进行空白实验,空白值不得大于方法检出限。
- 11.6 每次分析应测定内标的响应强度,试样中内标的响应值应介于标准曲线响应值的 70%~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。若发现基体干扰,须稀释试样后测定; 若发现试样中含有内标元素,须更换内标或提高内标元素浓度。

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,委托有资质的单位处理。

13 注意事项

- 13.1 实验所用的玻璃器皿须使用硝酸溶液(5.6)浸泡 24 h, 依次用自来水和实验用水洗净后方可使用。
- **13.2** 为保证仪器的稳定性和实验的准确性,应参照仪器说明书,定期或测定一定数量样品后对仪器的雾化器、炬管、采样锥和截取锥进行清洗。
- 13.3 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 0.01 g),样品消解完待消解罐冷却至室温后,再次称量,记录每个罐的重量。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 (资料性附录) 多原子离子干扰和干扰校正方程

表 A.1 给出了 ICP-MS 测定中常见的多原子离子干扰,表 A.2 给出了常用的干扰校正方程。

表 A.1 ICP-MS 测定中常见的多原子离子干扰

多原子离子	质量数	受干扰元素	多原子离子	质量数	受干扰元素
¹⁴ N ¹ H ⁺	15		⁴⁰ Ar ⁸¹ Br ⁺	121	Sb
¹⁶ O ¹ H ⁺	17		³⁵ C1 ¹⁶ O ⁺	51	V
¹⁶ O ¹ H ₂ ⁺	18	-	³⁵ Cl ¹⁶ O ¹ H ⁺	52	Cr
¹² C ₂ ⁺	24	Mg	³⁷ C l ¹⁶ O ⁺	53	Cr
¹² C ¹⁴ N ⁺	26	Mg	³⁷ C1 ¹⁶ O ¹ H +	54	Cr
¹² C ¹⁶ O ⁺	28	· Si	⁴⁰ Ar ³⁵ C1 +	75	As
¹⁴ N ₂ ⁺	28	Si	⁴⁰ Ar ³⁷ C 1 ⁺	77	Se
¹⁴ N ₂ ¹ H ⁺	29	Si	³² S ¹⁶ O ⁺	48	Ti
¹⁴ N ¹⁶ O +	30	Si	³² S ¹⁶ O ¹ H ⁺	49	Ti
¹⁴ N ¹⁶ O ¹ H ⁺	31	P	$^{34}S^{16}O^{+}$	50	V, Cr
¹⁶ O ₂ ¹ H ⁺	32	S	³⁴ S ¹⁶ O ¹ H +	51	V
¹⁶ O ₂ ¹ H ₂ ⁺	33	S	$^{34}S^{16}O_{2}^{+}, ^{32}S_{2}^{+}$	64	Zn
³⁶ Ar ¹ H ⁺	37	C1	⁴⁰ Ar ³² S ⁺	72	Ge
³⁸ Ar ¹ H ⁺	39	K	⁴⁰ Ar ³⁴ S ⁺	74	Ge
⁴⁰ Ar ¹ H ⁺	41	K	³¹ P ¹⁶ O ⁺	47	Ti
¹² C ¹⁶ O ₂ +	44	Ca	³¹ P ¹⁷ O ¹ H ⁺	49	Ti
¹² C ¹⁶ O ₂ + ¹ H +	45	Se	³¹ P ¹⁶ O ₂ ⁺	63	Cu
⁴⁰ Ar ¹² C +, ³⁶ Ar ¹⁶ O +	52	Cr	⁴⁰ Ar ³¹ P ⁺	71	Ga
⁴⁰ Ar ¹⁴ N ⁺	54	Cr, Fe	⁴⁰ Ar ²³ Na ⁺	63	Cu
⁴⁰ Ar ¹⁴ N ¹ H ⁺	55	Mn	⁴⁰ Ar ³⁹ K ⁺	79	Br
⁴⁰ Ar ¹⁶ O ⁺	56	Fe	⁴⁰ Ar ⁴⁰ Ca ⁺	80	Se
⁴⁰ Ar ¹⁶ O ¹ H ⁺	57	Fe	¹³⁰ Ba ²⁺	65	Cu
⁴⁰ Ar ³⁶ Ar ⁺	76	Se	¹³² Ba ^{2 +}	66	Cu
⁴⁰ Ar ³⁸ Ar ⁺	78	Se	¹³⁴ Ba ²⁺	67	Cu
⁴⁰ Ar ₂ ⁺	80	Se	TiO	62~66	Ni, Cu, Zn
⁸¹ Br ¹ H ⁺	82	Se	ZrO	106~112	Ag, Cd
⁷⁹ Br ¹⁶ O ⁺	95	Мо	MoO	108~116	Cd
⁸¹ Br ¹⁶ O ⁺	97	Мо	⁹³ Ar ¹⁶ O ⁺	109	Ag
⁸¹ Br ¹⁶ O ¹ H ⁺	98	Mo			

表 A.2 ICP-MS 测定中常用的干扰校正方程

元素	干扰校正方程
⁵¹ V	[51]M×1–[53]M×3.127+[52]M×0.353
⁷⁵ As	[75]M×1-[77] M×3.127+[82]M×2.733-[83]M×2.757
⁸² Se	[82]M×1–[83]M×1.009
⁹⁸ Mo	[98]M×1-[99]M×0.146
¹¹¹ Cd	[111]M×1-[108]M×1.073-[106]M×0.712
¹¹⁴ Cd	[114]M×1-[118]M×0.027-[108]M×1.63
¹¹⁵ In	[115]M×1-[118]M×0.016
²⁰⁸ Pb	[206]M×1+[207]M×1+[208]M×1

注 1: "M"为通用元素符号。

注 2: 在仪器配备碰撞反应池的条件下,选用碰撞反应池技术消除干扰时,可忽略上述干扰校正方程。

附 录 B (资料性附录) 方法的精密度和准确度汇总数据

表 B.1 和表 B.2 给出了本标准测定 12 种金属元素的方法精密度,表 B.3 和表 B.4 给出了本标准测定 12 种金属元素的方法准确度。

表 B.1 方法的精密度汇总表(电热板消解)

			/AHITH WIZICIO	,		
名称	样品编号	平均值/	实验室内相对标准	实验室间相对标准	重复性限 r/	再现性限 R/
1 17 17 1	1十日日5世 ケ	(mg/kg)	偏差/%	偏差/%	(mg/kg)	(mg/kg)
	土壤标样 1	0.13	3.4~28	19	0.04	0.08
	土壤标样 2	0.14	2.8~18	29	0.04	0.12
	土壤标样3	0.22	1.6~9.7	26	0.04	0.16
	土壤标样4	0.15	1.5~14	31	0.04	0.14
£11	土壤标样 5	0.11	5.1~19	31	0.04	0.10
镉	沉积物标样1	0.15	2.4~20	25	0.13	0.15
	沉积物标样 2	0.10	3.3~27	10	0.04	0.05
!	沉积物标样3	0.14	1.4~16	12	0.03	0.05
	沉积物标样 4	0.15	1.8~12	21	0.04	0.01
i	沉积物标样 5	0.16	2.0~24	18	0.06	0.10
	土壤标样 1	9.47	0.91~11	17	1.64	4.69
	土壤标样 2	9.50	0.66~6.1	20	1.10	5.43
	土壤标样 3	12.6	0.49~9.4	18	2.08	6.48
	土壤标样 4	8.97	0.47~6.1	25	0.83	6.37
ALT.	土壤标样 5	8.46	0.51~3.7	18	0.64	4.39
钴	沉积物标样 1	12.4	0.77~10	21	2.13	7.54
	沉积物标样 2	11.1	0.70~5.1	18	1.18	5.70
	沉积物标样 3	10.1	0.60~5.5	20	1.16	5.68
	沉积物标样 4	5.99	0.60~7.9	14	0.68	2.47
1	沉积物标样 5	8.49	0.67~6.4	17	0.85	4.18
	土壤标样1	18.6	2.3~6.7	17	2.2	9.2
	土壤标样 2	19.6	1.7~4.1	32	1.6	17.7
	土壤标样3	20.8	1.3~11	24	3.1	14.3
	土壤标样 4	18.7	1.4~8.2	40	3.2	21.1
µ ⊢3	土壤标样 5	15.4	0.52~8.2	26	2.4	11.4
铜	沉积物标样 1	26.3	2.0~12	24	4.2	17.7
	沉积物标样 2	24.3	1.6~4.9	16	2.1	11.1
	沉积物标样 3	17.4	0.50~6.4	21	2.0	10.5
Ì	沉积物标样 4	4.4	2.0~16	30	1.1	3.9
	沉积物标样 5	18.9	0.54~6.7	28	2.5	14.8

续表

				,		续表
名 称	样品编号	平均值/	实验室内相对标准	实验室间相对标准	重复性限 r/	再现性限 R/
- 14.		(mg/kg)	偏差/%	偏差/%	(mg/kg)	(mg/kg)
	土壤标样1	35	1.2~8.9	16	5	17
	土壤标样 2	32	1.3~10	33	44	30
ı	土壤标样3	39	2.2~9.4	30	6	34
	土壤标样 4	29	1.8~6.2	38	3	31
铬	土壤标样 5	<u> 26</u>	2.1~13	28	6	21
и	沉积物标样1	37	2.3~9.7	27	7	29
	沉积物标样 2	35	1.8~11	21	5	21
ļ	沉积物标样3	32	1.6~12	23	6	21
1	沉积物标样 4	9	0.84~19	32	3	8
	沉积物标样 5	31	1.8~13	26	6	23
	土壤标样 1	420	0.57~11	18	73.5	217
	土壤标样 2	414	0.96~8.3	15	49.1	183
ļ	土壤标样3	502	1.1~8.2	12	71.7	179
	土壤标样 4	397	0.63~6.6	13	43.4	149
t-z	土壤标样 5	383	0.46~5.6	15	38.4	167
锰	沉积物标样1	659	0.82~6.1	14	63.3	273
ļ	沉积物标样 2	586	0.61~3.6	11	33.6	185
	沉积物标样3	420	0.56~8.0	12	52.2	146
	沉积物标样 4	516	0.49~4.5	12	43.0	179
ļ	沉积物标样 5	533	0.70~4.6	9.5	45.7	148
	土壤标样1	21	1.7~15	16	4	10
	土壤标样 2	26	0.88~7.2	22	3	16
	土壤标样3	30	1.4~12	19	5	17
İ	土壤标样 4	24	2.4~10	32	5	22
rue.	土壤标样 5	20	2.5~8.1	24	3	14
镍	沉积物标样1	30	2.4~12	18	5	15
	沉积物标样 2	19	1.6~7.6	21	2	11
	沉积物标样3	23	1.5~4.6	17	2	11
ĺ	沉积物标样 4	2	2.6~15	17	1	1
	沉积物标样 5	24	2.2~6.6	17	3	12
	土壤标样1	21	1.7~17	23	5	15
	土壤标样 2	20	1.6~11	27	4	16
	土壤标样3	29	1.6~15	27	5	22
İ	土壤标样4	19	3.1~9.5	47	4	25
<i>t</i> .∺	土壤标样 5	15	0.42~6.4	40	2	17
铅	沉积物标样1	28	2.8~11	19	5	16
	沉积物标样 2	36	1.0~5.4	20	4	20
	沉积物标样3	20	1.0~5.2	25	2	14
	沉积物标样 4	38	1.2~6.3	23	5	25
	沉积物标样 5	16	0.47~6.7	31	2	14

续表

	Т	 平均值/	小小公内和公 标件	实验室间相对标准	重复性限 r/	再现性限 R/
名 称	样品编号		兵短至内相对标准 偏差/%	英級重的相約467年 偏差/%	主及注解// (mg/kg)	(mg/kg)
	1 (shr L ~ 1.14)	(mg/kg)	+	7.8	17	20
1	土壤标样1	59	0.98~19	15	12	25
	土壤标样 2	55	0.88~13	 	16	36
	土壤标样3	79	0.72~15	15		20
	土壤标样4	49	1.2~7.8	14	8	
锌	土壤标样 5	47	1.3~7.4	14	7	19
	沉积物标样 1	77	1.2~8.6	16	12	36
	沉积物标样 2	68	1.1~15	15	14	32
	沉积物标样 3	54	0.53~9.1	10	8	17
	沉积物标样 4	60	1.3~12	19	9	33
	沉积物标样 5	47	1.7~5.7	25	66	34
	土壤标样1	36.6	1.9~6.1	21	4.5	21.6
	土壤标样 2	30.3	2.0~13	19	6.5	17.4
	土壤标样3	41.6	1.3~7.8	20	6.0	24.5
	土壤标样 4	27.1	1.3~5.0	20	3.1	15.2
钒	土壤标样 5	27.6	1.7~13	18	6.4	15.3
	沉积物标样 1	40.2	2.8~7.5	20	6.5	22.8
	沉积物标样 2	42.8	1.5~8.7	15	6.5	18.8
	沉积物标样 3	39.5	1.6~12	24	7.8	27.1
	沉积物标样 4	12.2	0.35~12	25	2.0	8.8
	沉积物标样 5	42.9	1.4~3.4	28	6.6	34.7
	土壤标样1	6.5	1.3~12_	15	1.2	3.0
	土壤标样 2	9.8	0.51~6.0	27	1.0	7.5
	土壤标样3	5.0	0.90~15	25	1.0	3.6
	土壤标样 4	10.1	0.44~11	30	2.1	8.7
	土壤标样 5	6.8	0.63~6.3	15	1.0	3.1
砷	沉积物标样 1	9.8	0.84~7.8	27	1.1	7.4
	沉积物标样 2	13.9	2.4~18	9.9	3.8	5.2
	沉积物标样 3	6.4	0.38~14	23	1.2	4.4
	沉积物标样 4	6.8	0.55~9.3	22	1.0	4.2
	沉积物标样 5	9.6	0.55~7.8	18	1.2	5.0
	土壤标样1	0.4	2.9~12	12	0.1	0.2
	土壤标样 2	0.4	1.2~16	15	0.1	0.2
	土壤标样3	0.4	0.78~14	21	0.1	0.2
	土壤标样 4	0.5	1.2~18	16	0.1	0.2
	土壤标样 5	0.5	0.66~18	9.8	0.2	0.2
钼	沉积物标样 1	0.5	1.0~22	17	0.1	0.3
	沉积物标样 2	0.7	0.72~10	17	0.1	0.4
	沉积物标样 3	0.3	2.8~19	39	0.1	0.4
	沉积物标样 4	1.1	1.3~12	17	0.2	0.6
	沉积物标样 5	0.9	0.96~7.1	27	0.1	0.7

续表

名称	 样品编号 	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)
	土壤标样1	0.5	1.7~9.9	19	0.1	0.3
	土壤标样 2	0.8	0.83~9.5	21	0.2	0.5
1	土壤标样3	0.5	1.2~2	44	0.2	0.7
	土壤标样 4	0.5	1.0~9.7	28	0.1	0.4
锑	土壤标样 5	0.4	1.9~5.5	37	0.1	0.4
TXP	沉积物标样 1	0.7	0.65~7.9	23	0.1	1.0
}	沉积物标样 2	0.8	0.98~13	16	0.2	0.4
}	沉积物标样 3	0.6	0.99~22	21	0.2	0.4
	沉积物标样 4	0.3	2.4~18	51	0.1	0.5
	沉积物标样 5	0.8	0.79~6.6	34	0.1	0.8

注 1:标准土壤样品编号。1:GBW07425 (GSS-11); 2:GBW07427 (GSS-13); 3:GBW07428 (GSS-14); 4:GBW07447 (GSS-18); 5:GBW07448 (GSS-19)。

表 B.2 方法的精密度汇总表(微波消解)

名称	样品编号	平均值/	实验室内相对标	实验室间相对标	重复性限 r/	再现性限 R/
10 M	作如無亏	(mg/kg)	准偏差/%	准偏差/%	重复性限 r/ (mg/kg) 0.02 0.02 0.05 0.02 0.03 0.02 0.02 0.04 0.05 1.16 0.84 2.73 1.36 1.71 1.91 1.64 1.19 0.68 1.36	(mg/kg)
	土壤标样 1	0.13	1.9~14	6.6	0.02	0.03
	土壤标样 2	0.12	1.8~8.0	4.2	0.02	0.02
	土壤标样 3	0.20	2.3~14	11	0.05	0.08
	土壤标样 4	0.15	2.7~6.3	3.1	0.02	0.21
镉	土壤标样 5	0.10	1.4~22	12	0.03	0.05
प्रस	沉积物标样 1	0.14	1.1~11	16	0.02	0.17
	沉积物标样 2	0.09	3.0~19	29	0.02	0.07
	沉积物标样3	0.11	2.5~12	16	0.02	0.05
	沉积物标样 4	0.15	1.5~17	11	0.04	0.06
	沉积物标样 5	0.17	2.5~14	31	0.05	0.15
	土壤标样 1	9.46	0.46~6.3	22	1.16	5.95
	土壤标样 2	9.28	0.56~5.6	20	0.84	5.38
	土壤标样3	11.4	1.0~17	9.8	2.73	4.00
	土壤标样 4	8.24	0.64~9.6	20	1.36	4.66
钴	土壤标样 5	8.54	1.2~15	14	1.71	3.76
和	沉积物标样 1	12.6	2.0~8.4	23	1.91	8.30
	沉积物标样 2	10.5	1.5~11	13	1.64	4.19
	沉积物标样 3	10.3	1.2~8.4	21	1.19	6.07
	沉积物标样 4	5.92	0.74~6.8	16	0.68	2.77
	沉积物标样 5	8.70	1.1~9.5	19	1.36	4.88

注 2: 标准沉积物标样编号。1: GBW07452(GSS-23); 2: GBW07453(GSS-24); 3: GBW07455(GSS-26); 4: GBW07308a (GSD-8a); 5: GBW07365 (GSD-22)。

						
		平均值/	实验室内相对标	实验室间相对标	重复性限 r/	再现性限 R/
称	样品编号	(mg/kg)	准偏差/%	准偏差/%	(mg/kg)	(mg/kg)
	 土壤标样 1	18.8	1.3~5.1	14	1.9	7.3
	土壤标样 2	19.1	0.63~7.3	17	2.5	9.3
	土壤标样3	21.1	1.8~16	23	(mg/kg) 1.9	14.0
	土壤标样 4	18.2	3.6~20	21	5.4	11.7
	土壤标样 5	14.3	1.5~12	14	2.4	6.2
铜	沉积物标样 1	28.5	1.0~5.3	16	3.1	13.4
	沉积物标样 2	25.1	1.4~8.0	13	3.1	9.7
	沉积物标样3	16.4	1.0~6.9	19	2.3	8.9
	沉积物标样4	4.1	2.5~16	22	1.2	2.8
	沉积物标样 5	19.7	2.6~5.8	20	(mg/kg) 1.9 2.5 4.3 5.4 2.4 3.1 3.1 2.3 1.2 2.3 10 6 6 5 5 11 2 7 3 6 71.0 68.1 103 136 62.8 106 76.2 42.3 45.1 175 3 4 3 4 2 6 6 2 4 0.5	11.2
		42	1,2~17	15	10	20
	土壤标样1	41	1.4~9.2	8.1	6	11
	土壤标样 3	47	1.6~7.7	8.5	 	12
	土壤标样 4	40	0.52~8.0	18	(mg/kg) 1.9 2.5 4.3 5.4 2.4 3.1 3.1 2.3 1.2 2.3 10 6 6 5 5 11 2 7 3 6 71.0 68.1 103 136 62.8 106 76.2 42.3 45.1 175 3 4 2 6 2 4 0.5	21
		33	2.3~8.0	9.6		10
铬	土壤标样 5	53	2.5~11	15	11	25
	沉积物标样 1	44	1.7~7.2	8.9	2	12
	沉积物标样 2	43	2.2~10	17	(mg/kg) 1.9 2.5 4.3 5.4 2.4 3.1 3.1 2.3 1.2 2.3 10 6 6 5 5 11 2 7 3 6 71.0 68.1 103 136 62.8 106 76.2 42.3 45.1 175 3 4 2 6 2 4 0.5	21
	沉积物标样3	10	2.7~14	19		6
	沉积物标样4	41	2.0~10	19		23
	沉积物标样 5	508	1.1~9.2	4.0	71.0	86.5
	土壤标样1	486	0.78~10	11	(mg/kg) 1.9 2.5 4.3 5.4 2.4 3.1 3.1 2.3 1.2 2.3 10 6 6 5 5 11 2 7 3 6 71.0 68.1 103 136 62.8 106 76.2 42.3 45.1 175 3 4 3 4 2 6 6 2 4 0.5	158
	土壤标样 2	587	0.52~14	9.5		182
	土壤标样3	496	0.60~20	7.0	+	157
	土壤标样4	456	$\frac{0.00 - 20}{0.79 \sim 11}$	7.8	 -	115
锰	土壤标样 5	747	0.87~9.0	18		381
	沉积物标样1	655	0.73~6.4	5.1		117
	沉积物标样 2	512	1.2~4.6	6.4		100
	沉积物标样 3		0.98~4.1	8.4	-+	140
	沉积物标样 4	567	0.55~16	16	(mg/kg) 1.9 2.5 4.3 5.4 2.4 3.1 3.1 2.3 1.2 2.3 10 6 6 5 5 11 2 7 3 6 71.0 68.1 103 136 62.8 106 76.2 42.3 45.1 175 3 4 3 4 2 6 2 4 0.5	337
	沉积物标样 5	655 23	0.89~9.3	14		9
	土壤标样1	25	0.98~8.5	14		10
	土壤标样 2	29	1.4~6.7	9.7	(mg/kg) 1.9 2.5 4.3 5.4 2.4 3.1 3.1 2.3 10 6 6 5 5 11 2 7 3 6 71.0 68.1 103 136 62.8 106 76.2 42.3 45.1 175 3 4 2 4 0.5	8
•	土壤标样3	 	1.9~9.5	13		9
	土壤标样4	23	1.9~5.9	13	-+	7
镍	土壤标样 5	32	1.7~11	16		15
	沉积物标样 1	 	1.0~6.8	9.3	(mg/kg) 1.9 2.5 4.3 5.4 2.4 3.1 3.1 2.3 1.2 2.3 10 6 6 5 5 11 2 7 3 6 71.0 68.1 103 136 62.8 106 76.2 42.3 45.1 175 3 4 2 6 2 4 0.5	6
	沉积物标样 2	20	2.0~12	10		8
	沉积物标样 3	22	1.8~14	36		2
	沉积物标样 4 沉积物标样 5	2 25	3.2~13	17		13

续表

			,			续表
名 称	样品编号	平均值/	实验室内相对标	实验室间相对标	重复性限 r/	再现性限 R/
11 1/h	17 11 7 7	(mg/kg)	准偏差/%	准偏差/%	(mg/kg)	(mg/kg)
	土壤标样1	22	1.1~7.7	6.6		5
	土壤标样 2	20	2.2~17	9.9	5	7
	土壤标样 3	29	1.4~9.1	8.8	(mg/kg) 3 5 4 3 4 3 5 3 4 3 7 9 11 10 6 10 15 7 14 16 6.0 4.7 10.8 5.3 5.9 10.0 10.4 5.2 3.8 5.6 1.6 2.0 1.1 1.6 1.8 2.0 2.5 1.6 1.4	8
*	土壤标样 4	17	2.8~9.1	19	3	10
铅	土壤标样 5	17	2.4~17	21	4	11
扣	沉积物标样 1	27	1.6~7.0	7.0	3	6
	沉积物标样 2	35	1.1~7.7	11	5	11
	沉积物标样 3	22	2.2~7.7	18	3	11
	沉积物标样 4	36	1.3~5.7	5.9	4	7
	沉积物标样 5	16	2.0~13	16	(mg/kg) 3 5 4 3 4 3 5 3 4 3 7 9 11 10 6 10 15 7 14 16 6.0 4.7 10.8 5.3 5.9 10.0 10.4 5.2 3.8 5.6 1.6 2.0 1.1 1.6 1.8 2.0 2.5 1.6 1.4	8
	土壤标样 1	64	3.1~5.0	8.3	7	16
	土壤标样 2	65	2.6~6.2	9.6	9	19
	土壤标样 3	95	1.0~10	18	11	48
	土壤标样 4	60	1.5~10	26	10	45
	土壤标样 5	52	2.0~6.1	10	6	16
锌	沉积物标样 1	94	1.1~7.3	16	10	44
	沉积物标样 2	82	0.88~12	18	15	43
	沉积物标样 3	55	2.7~6.3	12		20
	沉积物标样 4	72	1.4~10	32	(mg/kg) 3 5 4 3 4 3 5 3 4 3 7 9 11 10 6 10 15 7 14 16 6.0 4.7 10.8 5.3 5.9 10.0 10.4 5.2 3.8 5.6 1.6 2.0 1.1 1.6 1.8 2.0 2.5 1.6 1.4	66
	沉积物标样 5	66	1.3~16	14		30
	土壤标样1	49.8	0.85~7.2	18	6.0	25.4
	土壤标样 2	54.4	1.8~5.3	8.8		14.0
	土壤标样3	65.3	2.6~10	4.9	4 3 5 3 4 3 7 9 11 10 6 10 15 7 14 16 6.0 4.7 10.8 5.3 5.9 10.0 10.4 5.2 3.8 5.6 1.6 2.0 1.1 1.6 1.8 2.0	13.3
	土壤标样 4	55.0	2.2~4.0	15		24.0
	土壤标样 5	48.6	2.5~5.6	10		14.9
钒	沉积物标样 1	64.0	1.5~9.7	12	10.0	24.1
	沉积物标样 2	63.8	1.6~9.7	7.7		16.7
	沉积物标样3	57.6	2.5~3.9	13		21.0
	沉积物标样 4	28.1	1.6~6.8	14		11.6
	沉积物标样 5	58.5	2.7~4.2	12	(mg/kg) 3 5 4 3 4 3 5 3 4 3 7 9 11 10 6 10 15 7 14 16 6.0 4.7 10.8 5.3 5.9 10.0 10.4 5.2 3.8 5.6 1.6 2.0 1.1 1.6 1.8 2.0 2.5 1.6 1.4	20.5
	土壤标样1	6.8	1.8~16	17	(mg/kg) 3 5 4 3 4 3 5 3 4 3 7 9 11 10 6 10 15 7 14 16 6.0 4.7 10.8 5.3 5.9 10.0 10.4 5.2 3.8 5.6 1.6 2.0 1.1 1.6 1.8 2.0 2.5 1.6 1.4	3.6
	土壤标样 2	9.1	3.2~17	11		3.4
	土壤标样3	5.8	1.2~9.7	23		3.9
	土壤标样 4	9.3	3.2~9.4	11		3.2
	土壤标样 5	6.9	3.1~16	8.3		2.3
砷	沉积物标样 1	10.1	2.1~12	16		5.0
	沉积物标样 2	14.4	3.2~10	21		8.7
	沉积物标样3	7.4	2.9~13	12		3.0
	沉积物标样 4	6.8	0.71~16	9.6		2.2
	沉积物标样 5	9.5	1.4~11	4.3		1.9

续表

						-X-10
		 平均值/	实验室内相对标	实验室间相对标	重复性限 r/	再现性限 R/
名 称	样品编号	(mg/kg)	准偏差/%	准偏差/%	(mg/kg)	(mg/kg)
	土壤标样1	0.37	2.6~8.8	17	0.05	0.18
	土壤标样 2	0.32	4.0~7.2	18	0.05	0.17
	土壤标样 3	0.37	2.2~13	8.2	0.08	0.11
	土壤标样 4	0.45	2.9~6.9	24	0.07	0.31
bert .	土壤标样 5	0.39	2.6~12	18	0.07	0.21
钼	沉积物标样1	0.43	2.9~13	14	0.08	0.18
	沉积物标样 2	0.71	0.88~8.0	32	0.10	0.64
	沉积物标样3	0.35	1.2~16	17	0.07	0.18
	沉积物标样 4	1.00	1.3~9.8	28	0.17	0.81
	沉积物标样 5	0.70	2.2~11	17	0.11	0.36
	土壤标样 1	0.44	1.9~10	16	0.09	0.22
	土壤标样 2	0.81	1.1~9.2	12	0.15	0.30
	土壤标样3	0.57	2.0~16	16	0.14	0.28
	土壤标样 4	0.65	2.8~16	5.7	0.14	0.83
A74	土壤标样 5	0.53	1.0~16	48	0.20	0.74
锑	沉积物标样 1	0.66	1.8~15	15	0.27	0.37
	沉积物标样 2	0.80	1.4~14	19	0.17	0.46
	沉积物标样 3	0.66	1.4~8.8	22	0.11	0.42
	沉积物标样 4	0.25	3.3~11	23	0.06	0.17
	沉积物标样 5	0.68	1.2~9.0	17	0.10	0.33

表 B.3 方法的准确度汇总表(电热板消解)

名称	样品编号	平均值/(mg/kg)	加标回收率/%	加标回收率最终值/%
	土壤标样 1	0.13	91.6~105	97.4
FF4	土壤标样 4	0.15	91.6~104	96.7
镉	沉积物标样 1	0.15	92.3~106	98.3
沉积物标样 5 0.16	93.3~106	99.0		
	土壤标样 1	9.47	83.3~109	91.9
A.L.	土壤标样 4	8.97	88.3~110	95.4
钴	沉积物标样 1	12.4	84.3~116	99.3
	沉积物标样 5	8.49	87.2~104	94.8
	土壤标样 1	18.6	75.8~105	91.9
Heat	土壤标样 4	18.7	88.0~110	98.5
铜	沉积物标样 1	26.3	80.3~107	96.4
	沉积物标样 5	18.9	77.3~104	93.3
	土壤标样 1	35	71.5~110	91.8
+h	土壤标样 4	29	81.0~104	95.9
铬	沉积物标样 1	37	79.5~111	99.2
	沉积物标样 5	31	71.2~114	98.4

缉表

名称	样品编号	平均值/(mg/kg)	加标回收率/%	加标回收率最终值/%
	土壤标样1	420	88.2~109	97.0
锰	土壤标样 4	397	92.5~110	104
1m	沉积物标样 1	659	89.4~119	102
	沉积物标样 5	533	88.2~109 92.5~110 89.4~119 91.0~106 76.2~114 92.3~120 82.3~108 72.5~106 74.7~106 89.8~107 84.7~110 85.2~108 81.5~117 91.8~120 84.2~104 70.5~116 85.2~111 95.8~109 87.6~119 95.9~112 85.1~98.1 92.4~106 86.9~116 86.1~104 76.2~112 87.7~109 60.8~109 80.2~106 54.9~106 60.8~113 58.7~116	96.7
	土壤标样1	21	76.2~114	94.2
镍	土壤标样 4	24	92.3~120	98.4
**	沉积物标样 1	30	82.3~108	96.6
	沉积物标样 5	24	88.2~109 92.5~110 89.4~119 91.0~106 76.2~114 92.3~120 82.3~108 72.5~106 74.7~106 89.8~107 84.7~110 85.2~108 81.5~117 91.8~120 84.2~104 70.5~116 85.2~111 95.8~109 87.6~119 95.9~112 85.1~98.1 92.4~106 86.9~116 86.1~104 76.2~112 87.7~109 60.8~109 80.2~106 54.9~106 60.8~113 58.7~116	94.6
	土壤标样1	21	74.7~106	91.5
铅	土壤标样 4	19	89.8~107	99.8
†H [沉积物标样 1	28	88.2~109 92.5~110 89.4~119 91.0~106 76.2~114 92.3~120 82.3~108 72.5~106 74.7~106 89.8~107 84.7~110 85.2~108 81.5~117 91.8~120 84.2~104 70.5~116 85.2~111 95.8~109 87.6~119 95.9~112 85.1~98.1 92.4~106 86.9~116 86.1~104 76.2~112 87.7~109 60.8~109 80.2~106 54.9~106 60.8~113 58.7~116	96.8
	沉积物标样 5	16	85.2~108	97.2
	土壤标样1	59	81.5~117	95.7
锌	土壤标样 4	49	91.8~120	101
† †	沉积物标样 1	77	84.2~104	94.5
	沉积物标样 5	47	88.2~109 92.5~110 89.4~119 91.0~106 76.2~114 92.3~120 82.3~108 72.5~106 74.7~106 89.8~107 84.7~110 85.2~108 81.5~117 91.8~120 84.2~104 70.5~116 85.2~111 95.8~109 87.6~119 95.9~112 85.1~98.1 92.4~106 86.9~116 86.1~104 76.2~112 87.7~109 60.8~109 80.2~106 54.9~106 60.8~113	98.4
	土壤标样1	36.6	85.2~111	97.4
t:ti	土壤标样 4	27.1	95.8~109	101
钒	沉积物标样 1	40.2	81.5~117 91.8~120 84.2~104 70.5~116 85.2~111 95.8~109 87.6~119	97.9
	沉积物标样 5	42.9	95.9~112	102
	土壤标样 1	6.5	85.1~98.1	92.7
T.th.	土壤标样 4	10.1	92.4~106	97.7
砷	元 沉积物标样 1	9.8	88.2~109 92.5~110 89.4~119 91.0~106 76.2~114 92.3~120 82.3~108 72.5~106 74.7~106 89.8~107 84.7~110 85.2~108 81.5~117 91.8~120 84.2~104 70.5~116 85.2~111 95.8~109 87.6~119 95.9~112 85.1~98.1 92.4~106 86.9~116 86.1~104 76.2~112 87.7~109 60.8~109 80.2~106 54.9~106 60.8~113 58.7~116	97.8
	沉积物标样 5	9.6	86.1~104	95.4
	 土壤标样 1	0.4	76.2~112	93.5
t-ci	土壤标样 4	0.5	87.7~109	95.1
钼	 沉积物标样 1	0.5		88.8
	沉积物标样 5	0.9	88.2~109 92.5~110 89.4~119 91.0~106 76.2~114 92.3~120 82.3~108 72.5~106 74.7~106 89.8~107 84.7~110 85.2~108 81.5~117 91.8~120 84.2~104 70.5~116 85.2~111 95.8~109 87.6~119 95.9~112 85.1~98.1 92.4~106 86.9~116 86.1~104 76.2~112 87.7~109 60.8~109 80.2~106 54.9~106 60.8~113 58.7~116	96.9
	土壤标 样 1	0.5	54.9~106	86.2
. Ac4	 土壤标样 4	0.5	60.8~113	90.2
锑	沉积物标样 1	0.7	58.7~116	92.9
Ī		0.8	56.4~106	87.9

表 B.4 方法的准确度汇总表(微波消解)

名称	样品编号	平均值/(mg/kg)	加标回收率/%	加标回收率最终值/%
	土壤标样 1	0.13	86.0~107	98.8
镉	土壤标样 4	0.15	94.2~119	102
1191	沉积物标样1	0.14	84.5~107	101
	沉积物标样 5	0.17	76.0~107	98.0
-	土壤标样 1	9.46	80.7~107	95.2
b +	土壤标样 4	8.24	85.2~105	94.6
钻	沉积物标样1	12.6	90.0~100	96.2
	沉积物标样 5	8.70	75.7~107	91.8

нј 803-2016

续表

AT The		亚拉佐/ ()	加持同收束/0/	加标回收率最终值/%
名称		平均值/ (mg/kg)		
-	土壤标样 1	18.8		94.7
铜	土壤标样 4	18.2		
-	沉积物标样 1	28.5		94.0
-	沉积物标样 5	19.7		95.5
	土壤标样 1	42		91.6
铬	土壤标样 4	40		103
	<u> </u>	53		93.1
		 		96.2
		 		95.5
锰				95.4
	 近根物标样 5 土壌标样 1 508 88.4~110 土壌标样 1 土壌标样 4 496 81.2~102 近积物标样 1 747 77.7~105 近积物标样 5 655 87.8~117 土壌标样 4 23 76.2~117 土壌标样 4 23 87.6~118 近积物标样 5 25 88.0~110 近积物标样 5 土壌标样 4 17 90.3~104 近积物标样 5 16 87.8~111 土壌标样 1 土壌标样 1 土壌标样 1 4 16 87.8~111 土壌标样 1 4 104~109 近积物标样 5 104~109 近平标样 1 104~109 104~109<	95.0		
		 	 	99.4
		· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·		94.5
镍		23	87.6~118	98.5
,		 	88.0~110	96.6
	沉积物标样 5	25	88.1~113	94.3
ļ		22	75.2~106	94.6
铅	土壤标样4	17	90.3~104	96.2
ин	沉积物标样 1	27	89.3~109	98.5
	沉积物标样 5	16	88.4~110 81.2~102 77.7~105 87.8~117 76.2~117 87.6~118 88.0~110 88.1~113 75.2~106 90.3~104 89.3~109 87.8~111 89.3~114 104~109 80.5~113 79.5~110 85.6~103	101
	土壤标样1	64	89.3~114	99.8
玆	土壤标样 4	60	104~109	106
1 +	<u> </u>	94	80.5~113	98.9
	沉积物标样 5	66	79.5~110	98.2
	土壤标样1	49.8	$75.2\sim106$ $90.3\sim104$ $89.3\sim109$ $87.8\sim111$ $89.3\sim114$ $104\sim109$ $80.5\sim113$ $79.5\sim110$ $85.6\sim103$ $90.4\sim107$ $88.4\sim112$ $90.8\sim110$	98.1
钒	土壤标样 4	55.0	90.4~107	97.9
# 1. [沉积物标样 1	64.0	88.4~112	96.6
	沉积物标样 5	58.5	90.8~110	102
,	土壤标样 1	6.8	73.2~107	92.0
Tich:	土壤标样 4	9.3	79.4~98.7	90.6
砷	沉积物标样 1	10.1	72.7~113	89.5
	沉积物标样 5	9.5	81.3~111	93.3
	土壤标样 1	0.37	85.6~115	94.8
<i>k</i> n ∫	土壤标样 4	0.45	88.9~105	96.9
钼	沉积物标样 1	0.43	78.5~103	92.6
	沉积物标样 5	0.70	86.0~107 78.2~106 75.7~104 90.1~106 74.3~100 88.9~115 76.5~111 87.2~103 88.4~110 81.2~102 77.7~105 87.8~117 76.2~117 87.6~118 88.0~110 88.1~113 75.2~106 90.3~104 89.3~109 87.8~111 89.3~114 104~109 80.5~113 79.5~110 85.6~103 90.4~107 88.4~112 90.8~110 73.2~107 79.4~98.7 72.7~113 81.3~111 85.6~115 88.9~105 78.5~103 77.3~104 72.1~110 70.3~109 77.3~105	94.2
	土壤标样 1	0.44	72.1~110	97.5
	土壤标样 4	0.65	70.3~109	90.3
锑	沉积物标样 1	0.66	77.3~105	92.9
		0.68	71.8~109	90.5