



中华人民共和国国家生态环境标准

HJ□□□□—202□

土壤 17 种元素的测定 便携式能量色散 X 射线荧光光谱法

Soil—Determination of 17 elements—Portable Energy dispersive X-ray
fluorescence spectrometry

（征求意见稿）

2 0 2 □ - □ □ - □ □ 发 布 2 0 2 □ - □ □ - □ □ 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	1
5 试剂和材料	2
6 仪器和设备	2
7 样品	2
8 分析步骤	3
9 结果计算与表示	4
10 准确度	4
11 质量保证和质量控制	4
附录 A（规范性附录） 方法检出限和测定下限	5
附录 B（资料性附录） 方法准确度	6
附录 C（资料性附录） ED-XRF 仪器分析参考条件	19
附录 D（资料性附录） 标准曲线绘制示例	24
附录 E（资料性附录） 标准曲线含量设置示例	25

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，防治生态环境污染，改善生态环境质量，规范土壤中元素的筛查方法，制定本标准。

本标准规定了测定土壤中 17 种元素的便携式能量色散 X 射线荧光光谱法。

本标准附录 A 为规范性附录，附录 B、附录 C、附录 D 和附录 E 为资料性附录。

本标准首次发布。

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：生态环境部南京环境科学研究所、中国环境监测总站。

本标准验证单位：天津市生态环境监测中心、广西壮族自治区环境保护科学研究院、贵州省环境科学研究设计院、江西省贝源检测技术有限公司、江苏省环境监测中心、江苏省常州环境监测中心和甘肃省生态环境科学设计研究院。

本标准由生态环境部 202□年□□月□□日批准。

本标准自 202□年□□月□□日起实施。

本标准由生态环境部解释。

土壤 17 种元素的测定 便携式能量色散 X 射线荧光光谱法

1 适用范围

本标准规定了测定土壤中 17 种元素的便携式能量色散型 X 射线荧光光谱法。

本标准适用于现场快速测定土壤中锑 (Sb)、砷 (As)、镉 (Cd)、铬 (Cr)、钴 (Co)、铜 (Cu)、铅 (Pb)、镍 (Ni)、硒 (Se)、锡 (Sn)、钒 (V)、锌 (Zn)、钼 (Mo)、铷 (Rb)、锶 (Sr)、钍 (Th)、锆 (Zr) 17 种元素。

本方法 17 种元素的检出限为 0.02 mg/kg~30 mg/kg, 测定下限为 0.08 mg/kg~120 mg/kg。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。

HJ 166 土壤环境监测技术规范

3 方法原理

X 射线管产生的初级 X 射线照射到土壤颗粒表面, 激发待测元素释放出特征 X 射线荧光直接进入检测器。经电子学系统处理得到不同能量 (元素) 的 X 射线荧光能谱。采用全谱图拟合或特定峰面积积分的方式获得特征 X 射线荧光强度。被测元素特征 X 射线荧光强度与其含量成正比。

4 干扰和消除

4.1 光谱干扰

样品中待测元素受辐射激发后释放特征 X 射线荧光, 元素间的谱线重叠、信号峰叠加、脉冲堆积效应均会造成光谱干扰。可通过校正系数实现光谱干扰校正, 通常由仪器内置程序消除。

4.2 元素基体效应

待测元素特征 X 射线荧光强度受基体元素的影响产生的吸收效应和增强效应。可通过基本参数法计算处理后消除这种效应, 通常由仪器内置程序消除。

4.3 物理基体效应

试样的粒径大小、均匀性和表面平滑情况等物理特性会影响测定结果, 可通过研磨、筛

分和压实等方法减少、消除干扰。

4.4 水分效应

试样中的水分会对测定结果产生影响，可通过干燥样品来消除。

5 试剂和材料

5.1 标准样品：含目标元素的市售土壤有证标准物质或有证标准样品。

5.2 样品杯：内径尺寸与仪器的样品口直径匹配。

5.3 测试膜：直径 60~90 mm 或其他规格，材质为麦拉膜或聚丙烯膜，厚度 $\leq 5\text{ }\mu\text{m}$ 。

6 仪器和设备

6.1 采样工具：木铲、取土钻、泥刀、竹片等。

6.2 样品袋：材质为聚乙烯。

6.3 便携式能量色散 X 射线荧光光谱仪：具备激发系统、光学元件、探测器等基本结构，包括手持式（X 光管最大功率 $\leq 10\text{ W}$ ，最高激发电压 $\leq 50\text{ kV}$ ）和便携台式（X 光管最大功率 $\geq 10\text{ W}$ ，最高激发电压 $\leq 70\text{ kV}$ ），能量分辨率 $\leq 145\text{ eV}$ ，带电池。其软件算法为基本参数法。

6.4 干燥装置：便携式烘箱或其他烘干工具。

7 样品

7.1 样品采集

7.1.1 原位测定

适用于含水率不高（手捏土块时，无明显湿印和渗流水迹）、植被根系少、粗砾杂质少，表面均匀平整的土壤样品测定，无需样品采集。

7.1.2 异位测定

适用于经采集、均质（必要时需干燥）的土壤样品测定，样品采集按照 HJ 166 执行。

7.2 样品制备

7.2.1 原位测定

整理出 $\geq 100\text{ cm}^2$ 土壤面积（有效测定土壤深度 2.5 cm），剔除土壤表面的根系、石块等杂物，用采样工具（6.1）整平、压实土壤表面，使待测表面平整、密实、无空隙，确保探测窗口与测定表面良好接触。

7.2.2 异位测定

充分混合均质采样样品，对于潮湿（手捏土块时，在手指上留有湿印或有水流出）的样品测试前需放在干燥装置内（6.4）烘干（松散，轻压可碾碎）。测试土样厚度应 $\geq 5\text{ mm}$ 或满足仪器测定要求，同时需确保探测窗口与测定表面良好接触。

8 分析步骤

8.1 仪器自检和预热

仪器开机后自动进行系统自检，自检合格后方可进行预热，预热时间按仪器操作手册规定执行。

8.2 仪器测定条件

根据仪器操作手册，选择合适的测量条件建立方法。需要优化的主要测定参数有：测定时间、滤光片（或单色激发能量）、X射线管电压及电流、干扰元素及其干扰测定等。仪器测量主要参数示例见附录 C 的表 C.1～表 C.4。

8.3 能量的校准检查

每天开始样品测定前，按照仪器测定条件（8.2），通过内置校准源或仪器配套能量校准块完成能量校准检查。

注 1：能量校准检查频率应与仪器制造商建议频率一致。

8.4 校准曲线的绘制

选择与待测样品成分相似、覆盖待测样品浓度范围、目标元素质量分数范围尽量广、具有一定梯度的标准样品系列（5.1），按照与待测样品相同的方式（7.2.2）制备试样。根据仪器操作手册，在仪器软件相关界面建立标准样品数据表。输入标准样品中各元素的标准值，校准曲线的建立步骤示例见附录 D。按照优化后的测定条件（8.2）测定系列标准样品。标准样品的个数不少于 9 个，仪器校准曲线标样含量设定示例见附录 E。

根据仪器提供的线性回归校正模型和程序对系列标准样品的含量和强度进行回归分析，建立校准曲线，求出回归方程斜率并储存于仪器中。

注 1：可使用仪器自带预制标准曲线，使用前需用标准样品进行校准核查，若校准不符合 11.1 中相关要求，应重新建立校准曲线。

注 2：新建立的校准曲线可重复使用，使用前需用标准样品进行校准核查，若校准不符合 11.1 中相关要求，应重新建立校准曲线。

注 3：绘制钴校准曲线时，应引入铁作为校正元素，同时测定铁元素特征 X 射线谱线强度，以消除铁对钴测定的谱线重叠干扰。

8.5 样品测定

按照优化后的测定条件（8.2），将仪器的探测窗口与待测样品（7.2）紧密接触进行测定。

注 1: 原位测定时, 在土壤测定点周围 (测定点之间的距离不大于 10 cm) 再布置 3 个测定点, 取平均值作为该点的测定结果。

9 结果计算与表示

9.1 结果计算

原位测定应在仪器上读取 4 次测定结果, 取其平均值作为最终测定结果。

异位测定不需要自行进行结果计算, 直接在仪器上读取测定结果。

9.2 结果表示

测定结果小数点后的保留位数与方法检出限保持一致, 测定结果最多保留 3 位有效数字。

10 准确度

10.1 精密度

7 家实验室分别对国家有证标准样品和实际样品中目标元素进行测定, 17 种目标元素实验室内相对标准偏差为 0%~67%; 实验室间相对标准偏差为 1.6%~55%; 重复性限 0.006mg/kg~412 mg/kg, 再现性限为 0.03 mg/kg~1454 mg/kg。6 家实验室采用非统一样品 (实验室所在地农用地和场地土壤), 独立开展原位测定验证试验, 相对偏差范围为 0.19%~45%。精密度汇总数据见附录 B 中的表 B.1。

10.2 正确度

7 家实验室分别对国家有证标准样品进行测定, 对有证标准物质分析, 相对误差范围为 -50%~50%。正确度汇总数据见附录 B 中的表 B.2。

11 质量保证和质量控制

11.1 每批样品测定前应验证和核查校准曲线, 以有证标准样品进行验证, 其相对误差应在 ±50% 以内, 否则, 应查找原因或重新建立校准曲线。

11.2 异位测定每批样品应进行 20% 的平行样测定, 当样品数小于 5 个时, 应至少测定 1 个平行样。测定结果的相对偏差应满足表 1 要求。

表 1 平行双样最大允许相对偏差

含量范围 w (mg/kg)	最大允许相对偏差 (%)
$w > 100$	±20
$10 < w \leq 100$	±35
$w \leq 10$	±50

附录 A
(规范性附录)

方法检出限和测定下限

本标准测定 17 种元素的方法检出限及测定下限见表 A。(此表为编制组根据低浓度标样测定数据的计算结果)。

表 A 测定元素分析方法检出限和测定下限 (mg/kg)

序号	项目	CAS No.	检出限	测定下限
1	Sb	7440-36-0	0.04	0.16
2	As	7440-38-2	2	8
3	Cd	7440-43-9	0.2	0.8
4	Cr	7440-47-3	20	80
5	Co	7440-48-4	1	4
6	Cu	7440-50-8	14	56
7	Pb	7439-92-1	2	8
8	Ni	7440-02-0	30	120
9	Se	7782-49-2	0.04	0.16
10	Sn	7440-31-5	0.5	2
11	V	7440-62-2	26	104
12	Zn	7440-66-6	11	44
13	Mo	7439-98-7	0.02	0.08
14	Rb	7440-17-7	4	16
15	Sr	7440-24-6	10	40
16	Th	7440-29-1	5	20
17	Zr	7440-67-7	29	116

附录 B
(资料性附录)

方法准确度

7 家实验室使用手持式能量色散 X 射线荧光光谱仪、1 家实验室使用台式单波长激发-能量色散 X 射线荧光光谱仪对验证样品中 17 种目标元素进行不少于 7 次的重复测定,方法精密度数据见表 B.1, 正确度数据见表 B.2, 6 家实验室使用手持式能量色散 X 射线荧光光谱仪对原位测定进行了验证, 相对偏差数据见 B.3。

表 B.1 方法精密度汇总表

元素	样品名称	测定结果 平均值 (mg/kg)	实验室内相 对标准偏差 范围 (%)	实验室间相 对标准偏差 (%)	重复性限 (mg/kg)	再现性限 (mg/kg)
Sb	GSS-1a	2.72	0.93~2.1	18	0.13	1.4
	GSS-2a	0.729	1.5~31	24	0.38	0.61
	GSS-3a	0.813	0.81~2.9	22	0.15	0.52
	GSS-4a	1.64	0.79~2.2	30	0.071	1.4
	GSS-5a	15.2	0.15~23	20	3.8	9.2
	GSS-6a	14.6	0.1~1.5	24	0.37	9.9
	GSS-7a	0.452	1.1~3.5	23	0.028	0.30
	GSS-8a	1.1	0.53~1.3	13	0.033	0.41
	实际土壤样品 1	30.8	0.43~11	17	5.5	16
	实际土壤样品 2	6.48	1.4~7.4	30	1.2	5.6
	实际土壤样品 3	1.13	0.75~4.3	55	0.13	1.7
	实际土壤样品 4	/	/	/	/	/
	实际土壤样品 5	/	/	/	/	/
	实际土壤样品 6	/	/	/	/	/
	实际土壤样品 7	/	/	/	/	/
	实际土壤样品 8	0.862	0.64~1.4	2.7	0.026	0.070
	实际土壤样品 9	/	/	/	/	/
	实际土壤样品 10	1.67	2.7~3.4	23	0.15	1.1
As	GSS-1a	31.5	0.072~16	21	6.6	20
	GSS-2a	15.8	0.054~13	15	3.4	7.3
	GSS-3a	5.67	0.16~19	30	1.6	5.0
	GSS-4a	10.1	0.15~19	12	3.0	4.4
	GSS-5a	218	0.79~3.7	14	14	87
	GSS-6a	87	0.073~12	3.1	16	17
	GSS-7a	3.46	1~16	21	0.73	2.1
	GSS-8a	11.8	0.066~17	15	3.4	5.9
	实际土壤样品 1	213	0.58~3.6	14	13	84
	实际土壤样品 2	14.1	0.23~25	32	4.2	13
	实际土壤样品 3	/	/	/	/	/
	实际土壤样品 4	9.85	1.9~22	19	3.9	6.4

元素	样品名称	测定结果 平均值 (mg/kg)	实验室内相 对标准偏差 范围 (%)	实验室间相 对标准偏差 (%)	重复性限 (mg/kg)	再现性限 (mg/kg)
	实际土壤样品 5	5.44	3.6~3.7	7.8	0.56	1.3
	实际土壤样品 6	10.9	0.82~13	24	2.7	7.7
	实际土壤样品 7	10.4	0.7~19	23	3.0	7.2
	实际土壤样品 8	/	/	/	/	/
	实际土壤样品 9	50.5	6.9~21	38	25	58
	实际土壤样品 10	10.4	0.51~25	18	3.0	5.9
Cd	GSS-1a	2.61	0.58~2.3	4.3	0.12	0.34
	GSS-2a	0.166	0.76~2.8	30	0.077	0.14
	GSS-3a	0.075	0~67	30	0.097	0.11
	GSS-4a	/	/	/	/	/
	GSS-5a	0.112	0.59~2.6	20	0.007	0.092
	GSS-6a	0.473	0.72~2.9	9.4	0.027	0.13
	GSS-7a	/	/	/	/	/
	GSS-8a	0.147	0.54~3.5	13	0.008	0.052
	实际土壤样品 1	/	/	/	/	/
	实际土壤样品 2	0.18	0.49~22	22	0.074	0.13
	实际土壤样品 3	/	/	/	/	/
	实际土壤样品 4	0.173	0.35~4	16	0.014	0.080
	实际土壤样品 5	0.158	2.3~24	26	0.072	0.13
	实际土壤样品 6	0.147	0.43~2.6	36	0.006	0.15
	实际土壤样品 7	0.151	0.26~3.2	12	0.010	0.050
	实际土壤样品 8	/	/	/	/	/
	实际土壤样品 9	33.3	0.64~9.8	37	6.2	35
	实际土壤样品 10	0.132	2.2~13	21	0.038	0.087
Cr	GSS-1a	46.6	0.098~14	16	10	23
	GSS-2a	50.2	0.15~22	19	16	30
	GSS-3a	34.2	0.13~17	16	9.4	18
	GSS-4a	82.4	0.051~14	14	16	36
	GSS-5a	111	2.1~11	14	16	45
	GSS-6a	89.6	0.16~11	9.7	17	29
	GSS-7a	365	0.87~5.8	7.7	40	87
	GSS-8a	58.4	0.13~16	17	12	30
	实际土壤样品 1	157	1.4~11	28	20	125
	实际土壤样品 2	67.3	0.33~15	38	11	72
	实际土壤样品 3	52.1	0.4~4.1	10	3.8	15
	实际土壤样品 4	47.6	0.33~4.6	11	4.1	16
	实际土壤样品 5	/	/	/	/	/
	实际土壤样品 6	68.7	0.2~8.9	22	9.9	43
	实际土壤样品 7	57.3	0.67~9.5	27	5.2	44
	实际土壤样品 8	38.4	0.39~32	26	10	30

元素	样品名称	测定结果 平均值 (mg/kg)	实验室内相 对标准偏差 范围 (%)	实验室间相 对标准偏差 (%)	重复性限 (mg/kg)	再现性限 (mg/kg)
	实际土壤样品 9	76.1	2~17	23	13	36
	实际土壤样品 10	64.2	0.13~13	19	9.7	36
Co	GSS-1a	11	0.067~4.7	7.5	0.81	2.4
	GSS-2a	10.6	0.048~6.6	8.1	1.1	2.6
	GSS-3a	6.45	0.23~2.9	19	0.37	3.4
	GSS-4a	18.1	0.067~1.9	17	0.60	8.8
	GSS-5a	18.1	0.088~2.1	25	0.63	13
	GSS-6a	20.2	0.091~2.3	31	0.76	17
	GSS-7a	76.4	0.068~1.7	30	2.6	64
	GSS-8a	11	0.081~2.3	10	0.41	3.1
	实际土壤样品 1	19.6	1.6~2.2	52	1.0	29
	实际土壤样品 2	13.3	0.33~3.5	24	0.97	8.8
	实际土壤样品 3	9.22	0.28~4.7	13	0.70	3.4
	实际土壤样品 4	10.4	0.41~5.3	12	1.0	3.6
	实际土壤样品 5	15.1	0.25~2.6	12	0.81	5.0
	实际土壤样品 6	/	/	/	/	/
	实际土壤样品 7	10.7	0.32~4.2	12	0.77	3.6
	实际土壤样品 8	7.51	0.26~2.3	41	0.30	8.7
	实际土壤样品 9	16.3	0.81~13	31	2.9	14
	实际土壤样品 10	12.3	1.4~2.6	24	0.81	8.3
Cu	GSS-1a	40.7	0.16~17	12	9.7	17
	GSS-2a	20.8	0.075~23	13	7.0	10
	GSS-3a	13.2	0.17~33	7.8	6.1	6.4
	GSS-4a	43	0.1~11	11	7.5	15
	GSS-5a	133	0.55~4.4	14	12	52
	GSS-6a	342	0.63~3.9	6.3	25	64
	GSS-7a	87.2	0.085~11	12	14	32
	GSS-8a	24.5	0.06~32	13	9.9	13
	实际土壤样品 1	117	0.26~13	16	23	57
	实际土壤样品 2	112	1.3~16	27	44	95
	实际土壤样品 3	18.1	0.26~30	17	5.1	10
	实际土壤样品 4	27.2	0.34~15	25	6.7	20
	实际土壤样品 5	31.5	0.57~10	14	4.2	13
	实际土壤样品 6	17.9	1~36	29	5.2	15
	实际土壤样品 7	28.5	0.27~12	20	4.6	17
	实际土壤样品 8	12.3	3.7~20	26	4.3	9.8
	实际土壤样品 9	45.5	1.7~17	31	11	41
	实际土壤样品 10	22.1	3~22	22	5.9	14
Pb	GSS-1a	300	0.25~3.5	22	15	183
	GSS-2a	23.3	0.088~14	26	4.7	17

元素	样品名称	测定结果 平均值 (mg/kg)	实验室内相 对标准偏差 范围 (%)	实验室间相 对标准偏差 (%)	重复性限 (mg/kg)	再现性限 (mg/kg)
	GSS-3a	24.4	0.1~20	23	4.9	17
	GSS-4a	35.4	0.16~19	17	6.0	18
	GSS-5a	222	0.72~3.7	19	15	119
	GSS-6a	438	1.1~2.7	19	23	232
	GSS-7a	17.3	0.044~4	27	1.2	13
	GSS-8a	19.1	0.12~13	26	3.8	15
	实际土壤样品 1	204	0.67~6.5	12	18	70
	实际土壤样品 2	32.7	2.9~26	11	13	16
	实际土壤样品 3	18.3	0.26~4.5	30	1.5	15
	实际土壤样品 4	12.5	2.5~12	22	2.4	7.9
	实际土壤样品 5	28.7	0.37~8.1	25	3.4	21
	实际土壤样品 6	12.9	1.5~7.3	20	2.0	7.3
	实际土壤样品 7	27.6	0.8~4.9	23	3.0	18
	实际土壤样品 8	18.2	0.2~6.4	28	1.8	14
	实际土壤样品 9	7020	0.17~3.4	5.4	313	1101
	实际土壤样品 10	27.8	0.37~5.4	21	2.2	17
Ni	GSS-1a	19.9	0.062~16	14	6.5	9.9
	GSS-2a	26.5	0.14~9.1	13	4.6	10
	GSS-3a	15.3	0.071~54	20	11	13
	GSS-4a	37.3	0.17~26	14	11	18
	GSS-5a	38.7	0.14~27	20	12	24
	GSS-6a	71.2	0.14~27	18	23	42
	GSS-7a	222	0.69~11	4.6	32	41
	GSS-8a	32.9	0.067~31	16	15	20
	实际土壤样品 1	129	1~19	31	30	117
	实际土壤样品 2	35.7	0.29~24	14	11	18
	实际土壤样品 3	23.9	0.35~7.5	12	2.9	8.5
	实际土壤样品 4	23.8	0.39~10	5.6	3.8	5.1
	实际土壤样品 5	25.8	3.3~11	17	5.4	13
	实际土壤样品 6	17	1.9~9.5	33	3.9	16
	实际土壤样品 7	32.4	0.27~22	11	9.4	13
	实际土壤样品 8	17.8	0.25~18	20	4.4	11
Se	实际土壤样品 9	47.4	2.6~39	20	24	35
	实际土壤样品 10	30.1	0.26~10	21	5.0	18
	GSS-1a	0.163	0.97~18	33	0.045	0.15
	GSS-2a	0.196	0.73~13	44	0.034	0.24
	GSS-3a	0.107	1.1~13	21	0.025	0.068
	GSS-4a	0.277	1.2~13	15	0.064	0.13
	GSS-5a	0.675	1.7~11	11	0.12	0.24
	GSS-6a	/	/	/	/	/

元素	样品名称	测定结果 平均值 (mg/kg)	实验室内相 对标准偏差 范围 (%)	实验室间相 对标准偏差 (%)	重复性限 (mg/kg)	再现性限 (mg/kg)
	GSS-7a	0.305	1.6~12	18	0.062	0.16
	GSS-8a	0.117	1.5~13	13	0.028	0.051
	实际土壤样品 1	1.37	4.6~7.3	6.2	0.23	0.32
	实际土壤样品 2	/	/	/	/	/
	实际土壤样品 3	0.228	0.76~3.6	22	0.019	0.14
	实际土壤样品 4	/	/	/	/	/
	实际土壤样品 5	0.28	2.6~5.9	14	0.034	0.11
	实际土壤样品 6	/	/	/	/	/
	实际土壤样品 7	/	/	/	/	/
	实际土壤样品 8	/	/	/	/	/
	实际土壤样品 9	/	/	/	/	/
	实际土壤样品 10	/	/	/	/	/
Sn	GSS-1a	10.5	0.18~13	24	1.8	7.2
	GSS-2a	2.23	0.64~5.8	12	0.20	0.80
	GSS-3a	2.58	0.61~5.6	15	0.30	1.1
	GSS-4a	5.5	0.31~1.9	33	0.23	5.1
	GSS-5a	7.27	0.13~17	15	1.8	3.5
	GSS-6a	404	0.33~5.5	31	29	352
	GSS-7a	4.09	1.3~1.6	30	0.17	3.4
	GSS-8a	2.62	0.45~7.5	11	0.29	0.86
	实际土壤样品 1	190	3.2~11	27	38	147
	实际土壤样品 2	/	/	/	/	/
	实际土壤样品 3	5.17	0.36~1.6	30	0.20	4.3
	实际土壤样品 4	/	/	/	/	/
	实际土壤样品 5	4.27	0.25~2.8	23	0.17	2.8
	实际土壤样品 6	4.67	0.62~1.4	29	0.16	3.7
	实际土壤样品 7	4.17	2.4~4	45	0.35	5.3
	实际土壤样品 8	/	/	/	/	/
	实际土壤样品 9	6.49	0.38~2.7	8.4	0.36	1.6
	实际土壤样品 10	4.01	0.22~4.1	29	0.24	3.3
V	GSS-1a	69.4	0.083~10	14	10	28
	GSS-2a	72.6	0.058~15	18	16	39
	GSS-3a	46.4	0.16~17	15	14	23
	GSS-4a	112	2.1~6.1	15	13	48
	GSS-5a	128	1.1~5.6	13	14	47
	GSS-6a	114	1.5~15	19	25	66
	GSS-7a	244	2.1~8.9	21	36	146
	GSS-8a	76.5	0.062~14	10	16	26
	实际土壤样品 1	274	1.4~7	17	37	133
	实际土壤样品 2	84.9	0.34~17	20	20	51

元素	样品名称	测定结果 平均值 (mg/kg)	实验室内相 对标准偏差 范围 (%)	实验室间相 对标准偏差 (%)	重复性限 (mg/kg)	再现性限 (mg/kg)
	实际土壤样品 3	64	0.36~21	10	17	24
	实际土壤样品 4	66.2	0.19~11	14	12	28
	实际土壤样品 5	98.8	2~12	17	16	48
	实际土壤样品 6	115	1.5~7.5	21	18	71
	实际土壤样品 7	72.7	0.29~20	9.7	16	25
	实际土壤样品 8	51.6	0.3~14	20	12	31
	实际土壤样品 9	139	1.5~7.3	22	19	86
	实际土壤样品 10	89.8	1.5~10	26	13	66
Zn	GSS-1a	428	0.56~6.4	17	34	201
	GSS-2a	62	0.084~8.7	15	9.7	28
	GSS-3a	42.2	0.085~7.4	25	5.1	30
	GSS-4a	97.3	0.078~3.5	8.5	6.2	24
	GSS-5a	165	0.35~6.2	8.9	14	43
	GSS-6a	1380	0.22~4.1	19	85	736
	GSS-7a	188	0.84~3.4	4.5	15	28
	GSS-8a	70.6	0.078~6.8	12	9.3	25
	实际土壤样品 1	526	0.4~3.5	11	23	160
	实际土壤样品 2	84.5	0.21~8.4	21	10	50
	实际土壤样品 3	69.9	0.28~6.2	16	6.9	31
	实际土壤样品 4	68.3	0.3~4.9	21	6.9	40
	实际土壤样品 5	89.5	0.36~3.4	16	5.9	42
	实际土壤样品 6	68	0.33~6.5	21	5.3	41
	实际土壤样品 7	73.4	0.29~6.4	17	7.4	35
	实际土壤样品 8	35.8	0.19~8.9	32	3.5	32
	实际土壤样品 9	5880	0.16~6	8.5	412	1454
	实际土壤样品 10	83.5	0.22~4.7	5.9	5.0	15
Mo	GSS-1a	/	/	/	/	/
	GSS-2a	1.43	0.49~5.6	29	0.16	1.2
	GSS-3a	0.503	1.2~1.5	1.7	0.019	0.030
	GSS-4a	0.773	1.3~7.8	14	0.097	0.31
	GSS-5a	2.36	1~4.2	1.6	0.16	0.18
	GSS-6a	166	0.4~3.9	11	11	51
	GSS-7a	3.65	1~3.8	22	0.23	2.2
	GSS-8a	0.822	0.81~10	17	0.14	0.42
	实际土壤样品 1	5.16	0.96~27	11	2.2	2.6
	实际土壤样品 2	/	/	/	/	/
	实际土壤样品 3	/	/	/	/	/
	实际土壤样品 4	0.911	0.53~7.9	49	0.10	1.2
	实际土壤样品 5	0.706	0.53~18	11	0.16	0.26
	实际土壤样品 6	1.64	1.2~6.7	18	0.24	0.86

元素	样品名称	测定结果 平均值 (mg/kg)	实验室内相 对标准偏差 范围 (%)	实验室间相 对标准偏差 (%)	重复性限 (mg/kg)	再现性限 (mg/kg)
	实际土壤样品 7	/	/	/	/	/
	实际土壤样品 8	/	/	/	/	/
	实际土壤样品 9	3.49	16~26	17	2.2	2.6
	实际土壤样品 10	/	/	/	/	/
Rb	GSS-1a	132	0.3~6	4.6	10	19
	GSS-2a	91.8	0.077~5.8	4.5	6.9	13
	GSS-3a	83.3	0.065~2.9	3.2	4.1	8.3
	GSS-4a	147	0.21~3.5	4	8.2	18
	GSS-5a	134	0.31~2.6	6.8	6.6	26
	GSS-6a	121	1.2~4.8	5.9	9.5	22
	GSS-7a	28.2	0.08~4.3	14	2.2	11
	GSS-8a	90.7	0.058~4.2	4.3	4.9	12
	实际土壤样品 1	49.5	0.42~2.9	25	2.8	34
	实际土壤样品 2	88.8	0.2~6	16	5.2	40
	实际土壤样品 3	78.3	0.22~2	17	2.6	37
	实际土壤样品 4	65.8	0.17~2.9	20	2.4	37
	实际土壤样品 5	111	0.29~2.9	15	6.4	46
	实际土壤样品 6	37.4	0.63~2.5	41	1.3	42
	实际土壤样品 7	85.1	0.24~3.7	11	4.1	27
	实际土壤样品 8	79.5	0.33~3.2	20	3.2	44
	实际土壤样品 9	111	0.3~1.9	24	4.0	74
	实际土壤样品 10	76	0.6~4	15	4.9	32
Sr	GSS-1a	185	0.33~5.3	3	14	20
	GSS-2a	236	0.28~5.2	5.4	17	39
	GSS-3a	313	0.5~2.7	5.4	16	50
	GSS-4a	59.4	0.075~4.4	11	3.9	18
	GSS-5a	37.2	0.038~5.4	6.8	3.7	7.8
	GSS-6a	30	0.066~11	10	4.2	9.3
	GSS-7a	34	0.081~20	13	8.6	16
	GSS-8a	189	0.5~6.4	4.5	18	29
	实际土壤样品 1	/	/	/	/	/
	实际土壤样品 2	141	0.2~3.4	19	9.9	75
	实际土壤样品 3	128	0.15~2.4	16	5.1	57
	实际土壤样品 4	289	0.25~2.8	7.2	14	60
	实际土壤样品 5	44.8	0.33~7.1	22	3.9	28
	实际土壤样品 6	30.7	0.21~5.6	49	2.2	43
	实际土壤样品 7	190	0.25~3.5	11	9.9	57
	实际土壤样品 8	210	0.33~3.5	16	13	98
	实际土壤样品 9	42.8	0.9~8.8	10	5.1	13
	实际土壤样品 10	150	0~4.5	17	8.5	172

元素	样品名称	测定结果 平均值 (mg/kg)	实验室内相 对标准偏差 范围 (%)	实验室间相 对标准偏差 (%)	重复性限 (mg/kg)	再现性限 (mg/kg)
Th	GSS-1a	11.4	0.13~11	21	1.9	6.8
	GSS-2a	12.6	0.082~9.4	9.3	1.8	3.7
	GSS-3a	6.57	0.34~18	25	2.1	5.0
	GSS-4a	18.1	0.17~14	9.9	3.8	6.1
	GSS-5a	17.1	0.079~13	31	2.8	15
	GSS-6a	33	0.073~10	32	7.1	30
	GSS-7a	10.1	0.066~14	8.0	2.3	3.1
	GSS-8a	11.6	0.1~17	6.1	2.7	3.2
	实际土壤样品 1	22.2	2.2~7.8	3.8	3.1	3.7
	实际土壤样品 2	10.1	0.49~15	30	2.0	8.6
	实际土壤样品 3	9.54	2.9~13	15	2.0	4.5
	实际土壤样品 4	/	/	/	/	/
	实际土壤样品 5	10.8	3.1~12	22	2.3	7.0
	实际土壤样品 6	9.69	2.2~7.1	35	1.3	9.7
	实际土壤样品 7	9.74	0.27~22	18	3.2	5.7
	实际土壤样品 8	6.74	2.3~9.1	12	1.0	2.5
	实际土壤样品 9	13.8	1.8~20	17	5.0	8.0
	实际土壤样品 10	8.79	2.6~10	10	2.0	3.1
Zr	GSS-1a	211	0.38~6	9	17	55
	GSS-2a	215	0.33~4.5	10	18	64
	GSS-3a	241	0.28~3.4	14	14	95
	GSS-4a	232	0.24~2.9	9.9	13	65
	GSS-5a	259	0.23~2.7	15	14	109
	GSS-6a	152	0.28~5.4	13	16	55
	GSS-7a	330	0.27~3.7	19	25	177
	GSS-8a	229	0.18~4	14	17	90
	实际土壤样品 1	266	0.14~5.7	18	24	138
	实际土壤样品 2	164	0.17~5.8	19	13	90
	实际土壤样品 3	233	0.19~2.8	13	13	83
	实际土壤样品 4	148	0.32~4.8	21	11	86
	实际土壤样品 5	213	0.32~5.5	18	19	109
	实际土壤样品 6	272	0.16~2.4	9.1	13	70
	实际土壤样品 7	223	0.26~3.2	14	15	88
	实际土壤样品 8	231	0.52~3.8	7.8	15	52
	实际土壤样品 9	172	0.22~4.1	17	11	81
	实际土壤样品 10	241	0.34~5.4	19	21	132

表 B.2 方法正确度汇总表

元素	标样名称	认定值 (mg/kg)	测定结果平均值 (mg/kg)	相对误差均 值 (%)	相对误差范围 (%)	相对误差最终 值 (%)
Sb	GSS-1a	2.40	3	13	-1.2~28	13.4±41
	GSS-2a	0.86	0.7	-15	-30~-0.71	-15.4±41
	GSS-3a	0.69	0.8	17.6	-0.76~36	17.6±52
	GSS-4a	1.40	2	17	-23~49	17.4±69
	GSS-5a	14.9	15	2.0	-22~25	2±41
	GSS-6a	14.0	15	4.0	-19~31	4±50
	GSS-7a	0.53	0.5	-15	-29~-0.57	-14.8±40
	GSS-8a	1.20	1	-8.7	-17~-0.42	-8.7±23
As	GSS-1a	33.0	32	-4.5	-47~12	-4.5±41
	GSS-2a	18.0	16	-12	-32~0.09	-12.4±26
	GSS-3a	6.20	6	-8.5	-46~20	-8.5±55
	GSS-4a	9.60	10	5.0	-7.3~26	5±25
	GSS-5a	242	218	-9.8	-38~-0.77	-9.8±26
	GSS-6a	88.0	87	-1.2	-6.2~1.9	-1.2±6.2
	GSS-7a	4.20	3	-18	-35~-0.97	-17.7±34
	GSS-8a	13.2	12	-10	-25~6.3	-10.2±27
Cd	GSS-1a	2.50	3	4.5	1.2~7.8	4.5±9.3
	GSS-2a	0.20	0.2	-17.3	-35~0.5	-17.3±50
	GSS-3a	0.079	0.1	-5.9	-28~31	-5.9±56
	GSS-4a	0.11	/	/	/	/
	GSS-5a	0.16	0.2	4.1	-15~26	4.1±41
	GSS-6a	0.50	0.5	-5.6	-12~0.86	-5.6±18
	GSS-7a	0.23	0.2	-2.6	-6.8~1.6	-2.6±12
	GSS-8a	0.14	0.1	4.6	-6.3~19	4.6±26
Cr	GSS-1a	44.0	47	5.9	-11~34	5.9±35
	GSS-2a	52.0	50	-3.5	-36~14	-3.5±36
	GSS-3a	35.0	34	8.4	-5.5~32	8.4±27
	GSS-4a	81.0	82	1.6	-16~30	1.6±28
	GSS-5a	113	111	-1.4	-12~27	-1.4±27
	GSS-6a	86.0	90	4.2	-2.5~22	4.2±20
	GSS-7a	379	365	-3.6	-18~1	-3.6±15
	GSS-8a	65.0	58	-10	-43~2.4	-10.2±31
Co	GSS-1a	10.3	11	6.7	-0.14~18	6.7±16
	GSS-2a	11.1	11	-4.2	-13~4.1	-4.2±15
	GSS-3a	6.90	6	-6.8	-28~13	-6.8±35
	GSS-4a	20.0	18	-9.9	-33~0.86	-9.9±32
	GSS-5a	18.0	18	0.2	-31~29	0.2±49
	GSS-6a	20.0	20	1.0	-37~38	1±61
	GSS-7a	93.0	76	-18	-46~-0.16	-17.9±49

元素	标样名称	认定值 (mg/kg)	测定结果平均值 (mg/kg)	相对误差均 值 (%)	相对误差范围 (%)	相对误差最终 值 (%)
	GSS-8a	12.3	11	-11	-20~-0.14	-10.7±18
Cu	GSS-1a	42.0	41	-3.0	-23~12	-3±24
	GSS-2a	20.0	21	3.9	-17~24	3.9±27
	GSS-3a	13.4	13	-1.2	-11~11	-1.2±16
	GSS-4a	43.0	43	0.1	-22~14	0.1±22
	GSS-5a	147	133	-9.0	-36~-0.097	-9±24
	GSS-6a	358	342	-4.6	-16~0.72	-4.6±12
	GSS-7a	84.0	87	3.7	-8~29	3.7±24
	GSS-8a	24.0	25	2.2	-15~27	2.2±26
Pb	GSS-1a	339	300	-12	-50~-0.25	-11.5±38
	GSS-2a	27.0	23	-14	-49~11	-13.7±45
	GSS-3a	28.0	24	-13	-43~4.6	-13.1±41
	GSS-4a	37.0	35	-4.3	-35~13	-4.3±33
	GSS-5a	245	222	-9.6	-48~2	-9.6±35
	GSS-6a	478	438	-8.4	-47~0.75	-8.4±34
	GSS-7a	18.3	17	-5.4	-42~16	-5.4±51
	GSS-8a	21.0	19	-9.1	-49~20	-9.1±48
Ni	GSS-1a	16.9	20	18	-0.09~40	17.7±33
	GSS-2a	24.0	27	10.4	-0.097~34	10.4±28
	GSS-3a	15.0	15	2.2	-33~25	2.2±41
	GSS-4a	36.0	37	3.6	-15~24	3.6±29
	GSS-5a	38.0	39	2.0	-23~33	2±40
	GSS-6a	75.0	71	-5.2	-34~11	-5.2±34
	GSS-7a	217.0	222	2.2	-4.5~8.1	2.2±9.3
	GSS-8a	30.0	33	9.8	-11~41	9.8±36
Se	GSS-1a	0.22	0.2	-26	-46~1.1	-25.6±48
	GSS-2a	0.26	0.2	-25	-48~-1.1	-24.6±66
	GSS-3a	0.12	0.1	-11	-32~1.3	-10.6±37
	GSS-4a	0.31	0.3	-11	-20~-1.2	-10.6±27
	GSS-5a	0.75	0.7	-10	-21~-0.34	-10±21
	GSS-6a	0.47	/	/	/	/
	GSS-7a	0.34	0.3	-10	-22~1.2	-10.4±33
	GSS-8a	0.098	0.1	19	0.73~28	18.9±31
Sn	GSS-1a	9.80	11	7.3	-14~36	7.3±52
	GSS-2a	2.00	2	11	0.41~27	11.3±28
	GSS-3a	2.60	3	-0.6	-15~15	-0.6±30
	GSS-4a	5.60	6	-1.6	-35~30	-1.6±65
	GSS-5a	7.20	7	1.0	-19~18	1±31
	GSS-6a	439	404	-8.0	-48~31	-8±57
	GSS-7a	5.00	4	-19	-36~-1.1	-18.6±49
	GSS-8a	2.90	3	-9.7	-21~-1.1	-9.7±20

元素	标样名称	认定值 (mg/kg)	测定结果平均值 (mg/kg)	相对误差均 值 (%)	相对误差范围 (%)	相对误差最终 值 (%)
V	GSS-1a	61.0	69	14	-10~35	13.7±31
	GSS-2a	65.0	73	12	-8~46	11.6±40
	GSS-3a	45.0	46	3.3	-8.5~30	3.3±31
	GSS-4a	125	112	-11	-30~7.1	-10.7±27
	GSS-5a	136	128	-6.0	-23~11	-6±23
	GSS-6a	108	114	5.7	-21~38	5.7±41
	GSS-7a	240	244	1.6	-23~44	1.6±42
	GSS-8a	80.0	76	-4.3	-16~13	-4.3±19
Zn	GSS-1a	475	428	-10	-37~3.3	-10±30
	GSS-2a	58.0	62	6.8	-17~23	3.8±32
	GSS-3a	39.0	42	8.2	-34~38	8.2±54
	GSS-4a	92.0	97	5.7	-6.5~16	5.7±18
	GSS-5a	172	165	-4.3	-17~5.6	-4.3±17
	GSS-6a	1529	1381	-9.6	-48~0.94	-9.6±34
	GSS-7a	187	188	0.2	-6.2~4.6	0.2±8.8
	GSS-8a	66.0	71	6.9	-11~24	6.9±26
Mo	GSS-1a	2.00	2	0.2	-0.021~0.37	0.2±0.6
	GSS-2a	1.60	1	-10	-40~6.9	-10.5±51
	GSS-3a	0.50	0.5	0.6	-0.63~1.8	0.6±3.4
	GSS-4a	0.70	0.8	11	-0.86~28	10.6±31
	GSS-5a	2.30	2	2.4	0.31~4.5	2.4±4
	GSS-6a	169	166	-1.8	-15~10	-1.8±21
	GSS-7a	3.20	4	14	-3.6~50	14.1±50
	GSS-8a	0.76	0.8	7.9	-14~27	7.9±38
Rb	GSS-1a	137	132	-3.9	-11~0.42	-3.9±8.7
	GSS-2a	95.0	92	-3.4	-9.8~0.15	-3.4±8.7
	GSS-3a	85.0	83	-2.0	-7.4~0.35	-2±6.2
	GSS-4a	152	147	-3.3	-9.9~1.6	-3.3±7.9
	GSS-5a	142	134	-5.2	-17~0.8	-5.2±13
	GSS-6a	118	121	2.2	-5.2~14	2.2±12
	GSS-7a	28.0	28	0.6	-13~23	0.6±28
	GSS-8a	96.0	91	-5.5	-9.1~0.28	-5.5±8.1
Sr	GSS-1a	192	185	-3.8	-7.7~0.52	-3.8±5.6
	GSS-2a	248	236	-4.9	-15~0.58	-4.9±10
	GSS-3a	325	313	-3.7	-14~0.48	-3.7±10
	GSS-4a	58.0	59	2.4	-4.9~27	2.4±22
	GSS-5a	39.0	37	-4.6	-15~2.9	-4.6±13
	GSS-6a	30.0	30	-0.1	-14~16	-0.1±20
	GSS-7a	37.0	34	-8.0	-32~1.2	-8±24
	GSS-8a	197	189	-4.0	-12~0.4	-4±8.8
Th	GSS-1a	13.1	11	-13	-38~-0.04	-12.8±35

元素	标样名称	认定值 (mg/kg)	测定结果平均值 (mg/kg)	相对误差均 值 (%)	相对误差范围 (%)	相对误差最终 值 (%)
	GSS-2a	13.3	13	-5.1	-18~0.84	-5.1±18
	GSS-3a	6.70	7	-2.0	-38~15	-2±50
	GSS-4a	19.0	18	-5.0	-16~1.1	-5±19
	GSS-5a	17.2	17	-0.5	-34~46	-0.5±62
	GSS-6a	35.0	33	-5.7	-40~29	-5.7±59
	GSS-7a	10.5	10	-3.5	-12~1.5	-3.5±15
	GSS-8a	12.2	12	-5.2	-11~-0.1	-5.2±11
Zr	GSS-1a	218	211	-3.1	-17~8	-3.1±17
	GSS-2a	219	215	-1.9	-12~18	-1.9±20
	GSS-3a	247	241	-2.3	-23~19	-2.3±27
	GSS-4a	234	232	-0.9	-16~17	-0.9±20
	GSS-5a	272	259	-4.7	-23~18	-4.7±28
	GSS-6a	156	152	-2.8	-22~15	-2.8±24
	GSS-7a	370	330	-11	-43~9.5	-10.7±34
	GSS-8a	241	229	-5.1	-19~18	-5.1±26

表 B. 3 原位测试相对标准偏差

序号	元素	相对标准偏差范围%
1	Sb	0.89~32
2	As	0.19~32
3	Cd	0.66~45
4	Cr	0.54~29
5	Co	0.22~35
6	Cu	0.22~35
7	Pb	0.21~25
8	Ni	0.38~33
9	Se	1.5~26
10	Sn	0.9~16
11	V	0.28~19
12	Zn	0.2~18
13	Mo	0.98~15
14	Rb	0.26~12
15	Sr	2.7~16
16	Th	0.33~15
17	Zr	0.9~11

附录 C

(资料性附录)

ED-XRF 仪器分析参考条件

表 C.1~表 C.4 给出了本标准测定的 17 种元素的仪器分析参考条件。不同仪器参考条件有所不同，所列仪器参考条件仅为部分厂家仪器。

表 C.1 ED-XRF 测量条件示例 1

元素	X 射线管电压及 电流		滤光片或 光学晶体	探测器	分析 时间 (s)	特定峰区间 (KeV)		强度计 算方法	用于谱图拟 合纯元素
	(kv)	(mA)				左边 界	右边 界		
Sb	50	0.8	光学晶体	超快型硅漂移 探测器	600	26.07	26.47	基本参 数法	用数学模型 拟合
As	50	0.8	光学晶体	超快型硅漂移 探测器	600	10.45	10.65	基本参 数法	用数学模型 拟合
Cd	50	0.8	光学晶体	超快型硅漂移 探测器	600	22.85	23.4	基本参 数法	用数学模型 拟合
Cr	50	0.8	光学晶体	超快型硅漂移 探测器	600	5.31	5.51	基本参 数法	用数学模型 拟合
Co	50	0.8	光学晶体	超快型硅漂移 探测器	600	6.75	7.05	基本参 数法	用数学模型 拟合
Cu	50	0.8	光学晶体	超快型硅漂移 探测器	600	7.94	8.14	基本参 数法	用数学模型 拟合
Pb	50	0.8	光学晶体	超快型硅漂移 探测器	600	12.5	12.75	基本参 数法	用数学模型 拟合
Ni	50	0.8	光学晶体	超快型硅漂移 探测器	600	7.37	7.57	基本参 数法	用数学模型 拟合
Se	50	0.8	光学晶体	超快型硅漂移 探测器	600	10.85	11.45	基本参 数法	用数学模型 拟合
Sn	50	0.8	光学晶体	超快型硅漂移 探测器	600	24.99	25.39	基本参 数法	用数学模型 拟合
V	50	0.8	光学晶体	超快型硅漂移 探测器	600	4.77	5.08	基本参 数法	用数学模型 拟合
Zn	50	0.8	光学晶体	超快型硅漂移 探测器	600	8.53	8.73	基本参 数法	用数学模型 拟合
Mo	50	0.8	光学晶体	超快型硅漂移 探测器	600	17.07	17.79	基本参 数法	用数学模型 拟合
Rb	50	0.8	光学晶体	超快型硅漂移 探测器	600	13.25	13.55	基本参 数法	用数学模型 拟合
Sr	50	0.8	光学晶体	超快型硅漂移 探测器	600	13.84	14.44	基本参 数法	用数学模型 拟合
Th	50	0.8	光学晶体	超快型硅漂移	600	12.87	13.07	基本参	用数学模型

				探测器				数法	拟合
Zr	50	0.8	光学晶体	超快型硅漂移 探测器	600	15.42	16.07	基本参 数法	用数学模型 拟合

表 C.2 ED-XRF 测量条件示例 2

元素	X 射线管电压及 电流		滤光片或 光学晶体	探测器	分析时 间 (s)	特定峰区间 (KeV)		强度计 算方法	用于谱 图拟合 纯元素
	(kv)	(mA)				左边 界	右边界		
Sb	48	0.08	MoTi	硅漂移探测器	50	2584	2696	Total	
As	48	0.08	Mo	硅漂移探测器	50	1033	1074	Total	
Cd	48	0.08	Mo	硅漂移探测器	50	2246	2403	FPGauss	
Cr	30	0.08	Al	硅漂移探测器	50	513	561	Total	
Co	30	0.08	Al	硅漂移探测器	50	1950	2500	Total	
Cu	48	0.08	MoTi	硅漂移探测器	50	790	819	Total	
Pb	48	0.08	Mo	硅漂移探测器	50	1246	1285	Total	
Ni	48	0.08	Mo	硅漂移探测器	50	732	767	Total	
Se	48	0.08	Mo	硅漂移探测器	50	100	775	Total	
Sn	48	0.08	Mo	硅漂移探测器	50	2466	2559	Total	
V	30	0.08	Al	硅漂移探测器	50	477	507	Total	Ti
Zn	48	0.08	MoTi	硅漂移探测器	50	848	880	Total	
Mo	48	0.08	Al	硅漂移探测器	50	1720	1779	Total	
Rb	48	0.08	Mo	硅漂移探测器	50	1317	1358	Total	
Sr	48	0.08	Mo	硅漂移探测器	50	1389	1443	Total	
Th	48	0.08	Mo	硅漂移探测器	50	1283	1312	Total	
Zr	48	0.08	Mo	硅漂移探测器	50	1548	1603	Total	

表 C.3 ED-XRF 测量条件示例 3

元素	X 射线管电压及电流		滤光片或光学晶体	探测器	分析时间 (s)
	(kv)	(mA)			
Sb	50	0~0.5 动态调节	纯铝片	超大面积硅漂移探测器	30s
As	40	0~0.5 动态调节	纯铝片	超大面积硅漂移探测器	30s
Cd	50	0~0.5 动态调节	纯铝片	超大面积硅漂移探测器	30s
Cr	20	0~0.5 动态调节	纯铜片	超大面积硅漂移探测器	30s
Co	40	0~0.5 动态调节	纯铜片	超大面积硅漂移探测器	30s
Cu	40	0~0.5 动态调节	纯铝片	超大面积硅漂移探测器	30s
Pb	40	0~0.5 动态调节	纯铝片	超大面积硅漂移探测器	30s
Ni	40	0~0.5 动态调节	纯铝片	超大面积硅漂移探测器	30s
Se	40	0~0.5 动态调节	纯铜片	超大面积硅漂移探测器	30s
Sn	50	0~0.5 动态调节	纯铝片	超大面积硅漂移探测器	30s
V	20	0~0.5 动态调节	纯铜片	超大面积硅漂移探测器	30s
Zn	40	0~0.5 动态调节	纯铝片	超大面积硅漂移探测器	30s
Mo	40	0~0.5 动态调节	纯铝片	超大面积硅漂移探测器	30s
Rb	40	0~0.5 动态调节	纯铝片	超大面积硅漂移探测器	30s
Sr	40	0~0.5 动态调节	纯铝片	超大面积硅漂移探测器	30s
Th	40	0~0.5 动态调节	纯铝片	超大面积硅漂移探测器	30s
Zr	40	0~0.5 动态调节	纯铝片	超大面积硅漂移探测器	30s

表 C. 4 ED-XRF 测量条件示例 4

元素	X 射线管电压及电流		滤光片或光学晶体	探测器	分析时间 (s)
	(kv)	(mA)			
Sb	50	0.8	双曲面弯晶	超快型硅漂移探测器	600
As	50	0.8	双曲面弯晶	超快型硅漂移探测器	600
Cd	50	0.8	双曲面弯晶	超快型硅漂移探测器	600
Cr	50	0.8	双曲面弯晶	超快型硅漂移探测器	600
Co	50	0.8	双曲面弯晶	超快型硅漂移探测器	600
Cu	50	0.8	双曲面弯晶	超快型硅漂移探测器	600
Pb	50	0.8	双曲面弯晶	超快型硅漂移探测器	600
Ni	50	0.8	双曲面弯晶	超快型硅漂移探测器	600
Se	50	0.8	双曲面弯晶	超快型硅漂移探测器	600
Sn	50	0.8	双曲面弯晶	超快型硅漂移探测器	600
V	50	0.8	双曲面弯晶	超快型硅漂移探测器	600
Zn	50	0.8	双曲面弯晶	超快型硅漂移探测器	600
Mo	50	0.8	双曲面弯晶	超快型硅漂移探测器	600
Rb	50	0.8	双曲面弯晶	超快型硅漂移探测器	600
Sr	50	0.8	双曲面弯晶	超快型硅漂移探测器	600
Th	50	0.8	双曲面弯晶	超快型硅漂移探测器	600
Zr	50	0.8	双曲面弯晶	超快型硅漂移探测器	600

附录 D
(资料性附录)
校准曲线绘制示例

仪器开始测量前，应绘制校准曲线，不同仪器校准曲线绘制步骤见表 D.1。

表 D.1 ED-XRF 校准曲线绘制示例

示例	序号	操作步骤
示例 1	1	确认测试条件：添加初始化和测试条件，依据样品类型及测试元素，选择合适滤波片，确定激发管电压和电流，及测量时间并保存参数设置。
	2	新建/选择工作曲线：添加新建工作曲线，选择测试条件及曲线计算类型（EC 法或 FP 法），保存参数设置。
	3	添加/删除元素：选择测试分析样品所关注的元素。
	4	校准及测量：完成初始校准，对标准样品依次进行测量。
	5	强度计算方法：元素类型（单质元素或氧化物）、元素线系（Ka、Kb、La、Lb）、元素边界（峰左、峰右）、强度计算方法（全面积 Total、净面积 Net、高斯 Gauss、FP 高斯 FPGauss）、元素拟合、峰背比、干扰元素及干扰系数等参数信息设置。
	6	曲线参数：元素单位（%、ppm、mg/kg、ug/cm ² ）、测试条件号（条件 1 或条件 2）、计算类型（无或主元素）、归一方式（无、扣减、单向扣减、强度含量比），归一至 99.9。
	7	数据编辑：添加测试工作谱，选择各元素谱数据输入强度对应的标准含量值，绘制标准工作曲线，选用合适曲线类型（一次或二次曲线、插值、含量或强度校正）。
	8	样品验证：标准曲线绘制完成，选用工作曲线范围标准样品测量验证。
示例 2	1	点击菜单栏中的编辑按钮，打开编辑界面，点击右上角扳手图标，选择克隆曲线。
	2	在新生成的曲线方法下根据工作需要修改曲线名称。
	3	在新曲线条件下测试标准样品，并记录测试数据。
	4	使用 Excel 记录标准数值和测试数值，选择插入点并生成线性关系，显示公式，记录公式中的斜率和截距记录。
	5	再次点击菜单栏中的编辑按钮，打开编辑界面，下滑点击类型标准选项，选择修正元素将记录的斜率和截距分别输入，并保存
示例 3	1	选择含有待校准元素的标准样品不少于 3 个，使用常规测试曲线进行标样测试。
	2	完成标样测试后选择曲线添加校准，添加之前测试的标准样品，选择待校准元素输入对应的标准含量，点击曲线校准完成校准。
	3	实际样品测试在样品信息中选择之前添加校准名称即可。

附录 E
(资料性附录)
校准曲线含量设置示例

仪器开始测量前,应设置校准曲线,不同仪器校准曲线含量设置示例参见表 E.1~表 E.2。

表 E. 1 ED-XRF 测量条件示例 1

元素	标准曲线浓度点设置 (mg/kg)								
	浓度 1	浓度 2	浓度 3	浓度 4	浓度 5	浓度 6	浓度 7	浓度 8	浓度 9
Sb	0.38	0.42	0.56	2.1	6.3	14.9	18.2	24.3	35.4
As	4.8	6.2	7.3	11.3	58	88	115	188	412
Cd	0.058	0.08	0.16	0.23	0.35	0.45	2.3	4	5.6
Cr	11.6	25	35	40	43	118	370	410	1090
Co	5	6.8	8.5	8.8	12.3	15.2	22.3	58	97
Cu	5.8	12.6	22.5	40.5	78.6	97	144	358	1230
Pb	13.6	17.4	37	58.5	285	552	555	636	727
Ni	3	9.6	12.8	14.4	22	40	64.2	276	349
Se	0.09	0.14	0.2	0.25	0.26	0.32	0.64	1.56	8.75
Sn	1.3	2.5	3.6	3.8	5.7	17.7	54	370	439
V	31	40	46.6	46.8	77	166	245	247	332
Zn	29	80	142	210	373	494	498	780	1529
Mo	0.51	0.67	0.82	1.3	2.6	2.9	4.6	5.9	8.4
Rb	16	63	75	80	117	206	232	270	408
Sr	24.4	26	29	42	52	77	209	236	308
Th	4.3	6.7	9.1	20.5	21.4	22.7	23.3	27.3	35
Zr	134	153	184	228	234	272	318	370	500

表 E. 2 ED-XRF 测量条件示例 2

元素	标准曲线浓度点设置 (mg/kg)								
	浓度 1	浓度 2	浓度 3	浓度 4	浓度 5	浓度 6	浓度 7	浓度 8	浓度 9
Sb	0.45	1.9	3.6	6.3	13.5	14	18.2	35.4	60
As	4.8	8.7	15.8	28.5	33.5	58	88	242	412
Cd	0.058	0.125	0.15	0.25	0.35	0.45	0.59	1.3	2.1
Cr	25	47	65	75	87	94	118	370	410
Co	5	6.9	8.7	11.7	12.4	14.6	17.6	19	97
Cu	11.4	16	24	32	38	97	144	358	390
Pb	13.4	22	31	40	58	98	314	478	552
Ni	12.2	24	32	38	41	53	75	217	276
Se	0.093	0.12	0.16	0.2	0.29	0.44	0.64	1.34	1.6
Sn	2.3	2.8	3.4	4.5	6.1	8.7	12.4	72.4	436
V	40	66	87	90	104	120	124	166	248
Zn	29	42.3	63	78	142	210	494	680	1529
Mo	0.06	0.68	1.16	1.4	1.92	2.6	3.2	4.6	16.9
Rb	15.8	28	75	85	96	117	140	173	237
Sr	26	51	115	155	195	226	240	380	435
Th	4.3	9.1	11.6	14.5	16.6	20.6	23	28	35
Zr	134	190	219	227	245	262	275	350	500