

中华人民共和国国家生态环境标准

HJ 1211—2021

固体废物 无机元素的测定 波长色散 X 射线荧光光谱法

Soild waste—Determination of inorganic elements—Wavelength dispersive
X-ray fluorescence spectrometry

本电子版为正式标准文本，由生态环境部环境标准研究所审校排版。

2021-11-18 发布

2022-03-01 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 干扰和消除2

5 试剂和材料2

6 仪器和设备2

7 样品3

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.....5

12 废物处置6

13 注意事项6

附录 A（规范性附录） 方法的检出限和测定下限.....7

附录 B（资料性附录） 基体效应和谱线重叠干扰的校正方式8

附录 C（资料性附录） 仪器分析参考条件9

附录 D（资料性附录） 校准曲线范围.....15

附录 E（资料性附录） 定性及无标样定量分析16

附录 F（资料性附录） 方法的准确度18

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》《中华人民共和国固体废物污染环境防治法》，防治环境污染，改善生态环境质量，规范固体废物中无机元素的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定固体废物中 16 种无机元素和 7 种氧化物的波长色散 X 射线荧光光谱法。

本标准的附录 A 为规范性附录，附录 B～附录 F 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：湖南省生态环境监测中心、湖南大学。

本标准验证单位：中国环境监测总站、甘肃省环境监测中心站、湖南省地质测试研究院、湖南省常德生态环境监测中心、中国科学院南京地理与湖泊研究所和岛津企业管理（中国）有限公司。

本标准生态环境部 2021 年 11 月 18 日批准。

本标准自 2022 年 3 月 1 日起实施。

本标准由生态环境部解释。

固体废物 无机元素的测定 波长色散 X 射线荧光光谱法

警告：测定有毒有害样品时，应避免皮肤接触或者口鼻吸入，试验过程中应采取通风、排气等措施以防实验室环境或者其他样品受到污染。

1 适用范围

本标准规定了测定固体废物中污泥、污染土壤、粉煤灰、烟尘、尾矿废石和冶炼炉渣等类别 16 种无机元素和 7 种氧化物的波长色散 X 射线荧光光谱法。

本标准适用于固体废物中污泥、污染土壤、粉煤灰、烟尘、尾矿废石和冶炼炉渣等类别 16 种无机元素和 7 种氧化物的测定，包括砷（As）、钡（Ba）、氯（Cl）、钴（Co）、铬（Cr）、铜（Cu）、锰（Mn）、镍（Ni）、磷（P）、铅（Pb）、硫（S）、锶（Sr）、钛（Ti）、钒（V）、锌（Zn）、锆（Zr）、二氧化硅（SiO₂）、三氧化二铝（Al₂O₃）、三氧化二铁（Fe₂O₃）、氧化钾（K₂O）、氧化钠（Na₂O）、氧化钙（CaO）、氧化镁（MgO）。

本标准采用熔融玻璃片法或粉末压片法制备固体废物试样。熔融玻璃片法适用于污泥、污染土壤、粉煤灰、烟尘、尾矿废石、冶炼炉渣等固体废物试样制备，但不适用于测定其中氯（Cl）元素的含量；粉末压片法适用于污泥、污染土壤、粉煤灰、烟尘等固体废物试样制备。

采用熔融玻璃片法制备并测定 15 种无机元素的方法检出限为 5 mg/kg~70 mg/kg，测定下限为 20 mg/kg~280 mg/kg；7 种氧化物的方法检出限为 0.01%~0.03%，测定下限为 0.04%~0.12%。采用粉末压片法制备并测定 16 种无机元素的方法检出限为 2 mg/kg~30 mg/kg，测定下限为 8 mg/kg~120 mg/kg；7 种氧化物的方法检出限为 0.01%~0.03%，测定下限为 0.04%~0.12%。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文件，仅注日期的版本适用于本标准。凡是未注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

HJ/T 20	工业固体废物采样制样技术规范
HJ 298	危险废物鉴别技术规范

3 方法原理

样品经熔融玻璃片法或粉末压片法制样，试样中各元素原子在波长色散 X 射线荧光光谱仪中经激发放射出特征 X 射线谱线，谱线经重叠和基体效应校正后其强度与试样中该元素的质量分数成正比。通过测量试样中目标物的特征 X 射线谱线强度，定量分析试样中各元素的质量分数。

4 干扰和消除

4.1 基体干扰

样品中基体干扰包括基体元素对目标元素 X 射线谱线强度的吸收和增强效应。通过经验系数法或基本参数法等数学解析方法计算处理后可减小这种基体效应的影响。常见基体效应校正方式参见附录 B。

4.2 谱线重叠干扰

在样品分析过程中，目标元素分析谱线可能会受到基体中其他元素谱线的干扰。选择目标元素分析谱线时宜避免基体中其他元素谱线的干扰，也可通过分析多个标准样品的测定结果计算谱线重叠干扰校正系数，用于消除干扰。常见谱线干扰及谱线校正方法参见附录 B。

4.3 颗粒效应

采用粉末压片法制备试样时，样品的粒度、不均匀性和表面结构等都会对目标元素的特征 X 射线谱线强度造成影响，宜控制这些因素。实测样品粒度与标准样品宜保持一致，亦可采取熔融玻璃片法减小或消除这些影响。

5 试剂和材料

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

5.1 无水四硼酸锂 ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$)：优级纯。

5.2 无水偏硼酸锂 (LiBO_2)：优级纯。

5.3 硝酸锂 (LiNO_3)。

5.4 溴化锂 (LiBr)。

5.5 硼酸 (H_3BO_3) 或高密度低压聚乙烯粉。

5.6 硝酸锂溶液： $\rho(\text{LiNO}_3)=220 \text{ g/L}$ 。

称取 22.0 g 硝酸锂 (5.3) 溶于适量水中，溶解后加水定容至 100 ml，摇匀。

5.7 溴化锂溶液： $\rho(\text{LiBr})=60 \text{ g/L}$ 。

称取 6.0 g 溴化锂 (5.4) 溶于适量水中，溶解后加水定容至 100 ml，摇匀。

5.8 标准样品：市售有证标准样品。包括但不限于土壤成分分析标准物质系列、水系沉积物成分分析标准物质系列、煤灰类标准物质系列、铁矿石类标准物质系列、矿渣类标准物质系列。

5.9 塑料环。

5.10 氩气-甲烷气： $\varphi(\text{Ar})=90\%$ 、 $\varphi(\text{CH}_4)=10\%$ ，以体积分数计。

6 仪器和设备

6.1 X 射线荧光光谱仪：波长色散型，具计算机控制系统。

6.2 粉末压样机：压力 $\geq 3.9 \times 10^5 \text{ N}$ 。

6.3 马弗炉：可加热至 $800 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

6.4 熔融制样机：可加热至 $1200 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

6.5 铂-金合金坩埚： $w(\text{Pt})=95\%$ 、 $w(\text{Au})=5\%$ ，以质量分数计。

6.6 铂-金合金铸模： $w(\text{Pt})=95\%$ 、 $w(\text{Au})=5\%$ ，以质量分数计。

- 6.7 天平：实际分度值优于 1 mg。
- 6.8 非金属筛：孔径为 75 μm （200 目）。
- 6.9 烘箱：温度可控制在 105 $^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 。
- 6.10 一般实验室常用仪器和设备。

7 样品

7.1 样品的采集和保存

固体废物样品的采集和保存按照 HJ/T 20、HJ 298 的相关规定执行。

7.2 样品制备

样品风干、粗磨、细磨等操作按照 HJ/T 20、HJ 298 的相关规定执行，然后全部经过 200 目非金属筛（6.8），于烘箱（6.9）中 105 $^{\circ}\text{C}$ 烘干备用。

7.3 试样的制备

7.3.1 熔融玻璃片法

以 34 mm 样品杯熔融玻璃片制样为例：

称取 1.000 $\text{g} \pm 0.005 \text{ g}$ 样品（7.2）与熔剂 6.700 $\text{g} \pm 0.005 \text{ g}$ 无水四硼酸锂（5.1）、3.300 $\text{g} \pm 0.005 \text{ g}$ 无水偏硼酸锂（5.2）混合，置于铂-金合金坩埚（6.5）中，加入 1 ml 硝酸锂溶液（5.6）和 1 ml 溴化锂溶液（5.7），在马弗炉（6.3）中 600 $^{\circ}\text{C}$ 加热预氧化 10 min，然后转入熔融制样机（6.4），升温至 1050 $^{\circ}\text{C}$ 熔融。熔融过程中应摇动坩埚将气泡赶尽，并使熔融物混匀。将熔融体在铂-金合金铸模（6.6）中浇注成型。玻璃状熔融样片应均匀透明、表面光洁、无气泡。

注：样品与熔剂稀释比、熔剂配制比例、熔融时间可根据样品的实际情况调整。

7.3.2 粉末压片法

用硼酸或高密度低压聚乙烯粉（5.5）垫底、镶边，或塑料环（5.9）镶边，将约 5 g 样品（7.2）置于粉末压样机上，以一定的压力制成表面平整、无裂痕的薄片。

注：对于一些不易成形的样品，可提高压力强度和压片时间，或者加入 10%~20% 的黏结剂（如微晶纤维素、硼酸、聚乙烯、石墨等），搅拌研磨混合均匀后加压成形。校准曲线的标准样品应做同样处理，样品和黏结剂配制比例应保持一致。

8 分析步骤

8.1 建立测量方法

根据确定的目标元素选择并优化分析谱线，从仪器数据库中选择最佳工作条件，主要包括元素的分析谱线、X 射线管的电压和电流、分光晶体、准直器、测角仪、探测器、脉冲高度分布（PHA 或 PHD）、背景校正等，其中分析谱线谱峰、背景点位置和脉冲高度分布（PHA 或 PHD）可根据标准样品扫描结果调整确认。可根据仪器品牌选择适当的参考条件，仪器参考条件参见附录 C。

8.2 校准曲线的建立

按照与试样制备相同的操作步骤,将至少 15 个不同质量分数且质量分数分布均匀的标准样品(5.8)熔融制成玻璃片或者压制成片,其中粉末压片法按照固体废物类别,宜选择基体类似的标准样品分别建立校准曲线。16 种无机元素和 7 种氧化物的校准曲线范围参见附录 D。在仪器最佳工作条件下,依次上机测定,记录目标元素和相关元素特征谱线强度。以无机元素或氧化物的质量分数为自变量,以目标元素校正后的特征谱线强度为因变量,建立校准模型。校准参数包括谱线重叠干扰系数、基体效应校正系数、校准曲线斜率和截距。测定不明来源、不明基体固体废物样品,难以获得标准样品时,可参考定性及无标样定量分析方法,参见附录 E。

8.3 测定

按照与校准曲线的建立(8.2)相同条件测定试样(7.3)。

9 结果计算与表示

9.1 结果计算

固体废物样品中无机元素的质量分数(mg/kg)或氧化物的质量分数(%),按照公式(1)计算。

$$w_i = k \times (I_i + \beta_{ij} \times I_m) \times (1 + \sum \alpha_{ij} \times w_j) + b \quad (1)$$

式中: w_i ——待测无机元素或氧化物的质量分数, mg/kg 或%;

i ——待测无机元素或氧化物;

k ——校准曲线的斜率;

I_i ——待测无机元素或氧化物的 X 射线谱线强度, kcps;

β_{ij} ——谱线重叠校正系数;

j ——基体校正元素;

I_m ——谱线重叠的理论计算强度;

m ——谱线重叠元素;

α_{ij} ——基体校正元素对待测无机元素或氧化物的 α 影响系数;

w_j ——基体校正元素的质量分数, mg/kg 或%;

b ——校准曲线的截距。

9.2 结果表示

无机元素和氧化物测定结果最多保留 3 位有效数字。无机元素测定结果(mg/kg)保留到整数位,氧化物测定结果(%)保留到小数点后 2 位。

10 准确度

10.1 精密度

6 家实验室采用熔融玻璃片法分别对污染土壤、烟尘、沉积物、炉渣、铁矿石等 5 种固体废物有证标准样品和粉煤灰实际样品进行了制备并重复测定 6 次, 15 种无机元素的实验室内相对标准偏差为 0%~23%, 实验室间相对标准偏差为 1.0%~30%, 重复性限为 5 mg/kg~ 1.4×10^3 mg/kg, 再现性限

为 $7 \text{ mg/kg} \sim 4.6 \times 10^3 \text{ mg/kg}$; 7 种氧化物的实验室内相对标准偏差为 $0\% \sim 14\%$, 实验室间相对标准偏差为 $1.5\% \sim 18\%$, 重复性限为 $0.02\% \sim 21\%$, 再现性限为 $0.04\% \sim 20\%$ 。

6 家实验室采用粉末压片法分别对污染土壤、烟尘、土壤等 3 种固体废物有证标准样品和粉煤灰、污泥、污染土壤、土壤等 4 种固体废物实际样品进行了制备并重复测定 6 次, 16 种无机元素的实验室内相对标准偏差为 $0\% \sim 20\%$, 实验室间相对标准偏差为 $2.7\% \sim 28\%$, 重复性限为 $2 \text{ mg/kg} \sim 3.7 \times 10^3 \text{ mg/kg}$, 再现性限为 $3 \text{ mg/kg} \sim 5.4 \times 10^3 \text{ mg/kg}$; 7 种氧化物的实验室内相对标准偏差为 $0\% \sim 12\%$, 实验室间相对标准偏差为 $1.6\% \sim 18\%$, 重复性限为 $0.01\% \sim 2.8\%$, 再现性限为 $0.06\% \sim 15\%$ 。

熔融玻璃片法制备并测定固体废物中 15 种无机元素和 7 种氧化物, 精密度数据见附录 F 中表 F.1; 粉末压片法制备并测定固体废物中 16 种无机元素和 7 种氧化物, 精密度数据见附录 F 中表 F.2。

10.2 正确度

6 家实验室采用熔融玻璃片法分别对污染土壤、烟尘、沉积物、铁矿石等 4 种固体废物有证标准样品进行了制备并重复测定 6 次, 15 种无机元素的相对误差为 $-22\% \sim 27\%$, 相对误差最终值为 $-9.6\% \pm 8.1\% \sim 13\% \pm 13\%$; 7 种氧化物的相对误差为 $-16\% \sim 30\%$, 相对误差最终值为 $-6.7\% \pm 11\% \sim 14\% \pm 27\%$ 。

6 家实验室采用粉末压片法分别对污染土壤、烟尘、土壤、铁矿石等 4 种固体废物有证标准样品进行了制备并重复测定 6 次, 16 种无机元素的相对误差为 $-19\% \sim 20\%$, 相对误差最终值为 $-11\% \pm 17\% \sim 11\% \pm 16\%$; 7 种氧化物的相对误差为 $-20\% \sim 50\%$, 相对误差最终值为 $-5.1\% \pm 9.8\% \sim 27\% \pm 35\%$ 。

熔融玻璃片法制备并测定固体废物中 15 种无机元素和 7 种氧化物, 正确度数据见附录 F 中表 F.3; 粉末压片法制备并测定固体废物中 16 种无机元素和 7 种氧化物, 正确度数据见附录 F 中表 F.4。

11 质量保证和质量控制

11.1 每 20 个样品或每批次 (少于 20 个样品/批) 应至少测定 1 个有证标准样品, 其测定值的正确度合格指标见表 1。

表 1 有证标准样品正确度要求

质量分数范围	无机元素或氧化物	正确度
		$\Delta \lg w (\text{GBW}) = \lg w_i - \lg w_s $
$w_i < 1\%$	As、Cl、Co、Na ₂ O、Sr、S、V	≤ 0.12
	Ba、Cr、Cu、Mn、Ni、P、Pb、Ti、Zn、Zr、SiO ₂ 、Al ₂ O ₃ 、Fe ₂ O ₃ 、K ₂ O、CaO、MgO	≤ 0.10
$1\% \leq w_i < 5\%$	As、Cl、Co、Na ₂ O、Sr、S、V	≤ 0.10
	Ba、Cr、Cu、Mn、Ni、P、Pb、Ti、Zn、Zr、SiO ₂ 、Al ₂ O ₃ 、Fe ₂ O ₃ 、K ₂ O、CaO、MgO	≤ 0.07
$w_i \geq 5\%$	As、Cl、Co、Na ₂ O、Sr、S、V	≤ 0.07
	Ba、Cr、Cu、Mn、Ni、P、Pb、Ti、Zn、Zr、SiO ₂ 、Al ₂ O ₃ 、Fe ₂ O ₃ 、K ₂ O、CaO、MgO	≤ 0.05

注: w_i 为每个 GBW 标准物质的单次测定值; w_s 为 GBW 标准物质的标准值。

11.2 每 20 个样品或每批次 (少于 20 个样品) 应至少测定 1 个平行样。测定结果的最大允许相对偏差见表 2。

表 2 平行双样最大允许相对偏差

质量分数范围/ (mg/kg)	最大允许相对偏差/ (%)
$\bar{w} < 10$	± 20
$10 \leq \bar{w} < 100$	± 10
$\bar{w} \geq 100$	± 5
注: $\bar{w}$ 为平行双样测定值的算术平均值。	

12 废物处置

实验中产生的废液和废物应分类收集,集中保管,并做好相应标识,依法委托有资质的单位进行处理。

13 注意事项

13.1 制备粉末样品时,通常采用手工或机械方式进行湿法研磨,即在样品中加入适量的酒精、乙醚或乙胺醇等有机试剂的混合研磨方法。

13.2 每次更换氦气-甲烷气后,应复查与流气式正比计数器有关的元素测定条件,即脉冲高度分布(PHA或PHD)的高低限值是否有明显变化。如有明显变化,应进行漂移校正或重新建立校准曲线。

13.3 硫元素和氯元素具有受高能射线辐射后不稳定、极易受污染等特性,测定含硫元素或含氯元素的样品时,建议使用粉末压片法并立即测定。同时,在仪器测定过程中,样片受X射线照射后,氯元素的质量分数会有明显升高,因此,如需测定氯元素,应将氯元素置于测定顺序首位。熔融玻璃片法不适用于测定氯元素,测定硫元素时应注意元素损失。

13.4 更换X射线管后,调节电压、电流时,应从低电压和低电流逐步调节至工作电压和工作电流。仪器每次开机时应逐步调节电压和电流,不能一次到位。

13.5 当元素质量分数的测定结果超出校准曲线范围时,应使用其他分析方法进行验证。

附 录 A
(规范性附录)
方法的检出限和测定下限

16 种无机元素和 7 种氧化物的方法检出限和测定下限见表 A.1。

表 A.1 测定无机元素和氧化物分析方法检出限和测定下限

序号	无机元素或氧化物	熔融玻璃片法		粉末压片法	
		方法检出限	测定下限	方法检出限	测定下限
1	As	6	24	2	8
2	Ba	50	200	30	120
3	Cl	/	/	10	40
4	Co	10	40	2	8
5	Cr	30	120	5	20
6	Cu	30	120	3	12
7	Mn	30	120	8	32
8	Ni	10	40	2	8
9	P	20	80	9	36
10	Pb	30	120	3	12
11	S	70	280	10	40
12	Sr	6	24	2	8
13	Ti	60	240	20	80
14	V	20	80	6	24
15	Zn	7	28	3	12
16	Zr	5	20	3	12
17	SiO ₂	0.03	0.12	0.03	0.12
18	Al ₂ O ₃	0.02	0.08	0.01	0.04
19	Fe ₂ O ₃	0.02	0.08	0.01	0.04
20	K ₂ O	0.02	0.08	0.02	0.08
21	Na ₂ O	0.03	0.12	0.02	0.08
22	CaO	0.01	0.04	0.01	0.04
23	MgO	0.02	0.08	0.01	0.04

注：“/”表示无有效数据。无机元素质量分数的单位为 mg/kg，氧化物质量分数的单位为%。

附 录 B
(资料性附录)

基体效应和谱线重叠干扰的校正方式

测定 16 种无机元素和 7 种氧化物的基体效应校正方式见表 B.1。

表 B.1 基体效应校正方式

序号	无机元素或氧化物	基体校正方式	序号	无机元素或氧化物	基体校正方式
1	As	变化 α 系数	13	Ti	变化 α 系数
2	Ba	变化 α 系数	14	V	变化 α 系数
3	Cl	固定 α 系数	15	Zn	变化 α 系数
4	Co	变化 α 系数	16	Zr	固定 α 系数
5	Cr	变化 α 系数	17	SiO ₂	固定 α 系数
6	Cu	变化 α 系数	18	Al ₂ O ₃	变化 α 系数
7	Mn	变化 α 系数	19	Fe ₂ O ₃	固定 α 系数
8	Ni	变化 α 系数	20	K ₂ O	变化 α 系数
9	P	变化 α 系数	21	Na ₂ O	变化 α 系数
10	Pb	变化 α 系数	22	CaO	变化 α 系数
11	S	固定 α 系数	23	MgO	变化 α 系数
12	Sr	变化 α 系数	—	—	—

14 种无机元素的重叠谱线与校正方式见表 B.2。

表 B.2 重叠谱线干扰与校正方式

序号	测量元素	分析谱线	谱线重叠干扰的元素谱线	用于谱线重叠干扰校正的元素谱线
1	As	K α	Pb L α	Pb L β
2	Ba	L α	Ti K α	Ti K α
3	Co	K α	Fe K β	Fe K α
4	Cr	K α	V K β	V K α
5	Cu	K α	Ni K β	Ni K α
6	Mn	K α	Fe K α ; Cr K β	Fe K α ; Cr K α
7	Ni	K α	Co K β	Co K α
8	P	K α	Ca K β	Ca K α
9	V	K α	Ti K β	Ti K α
10	Zr	K α	Sr K β	Sr K α
11	Al	K α	Br L α	Br L α
12	Fe	K α	Mn K β	Mn K α
13	Na	K α	Zn L α ; Zn L β	Zn K α
14	Mg	K α	Al K α	Al K α

附 录 C
(资料性附录)
仪器分析参考条件

部分品牌仪器的分析参考条件见表 C.1~表 C.5。

表 C.1 仪器分析参考条件 1

序号	无机元素 或氧化物	谱线	电压/kV	电流/mA	滤光片	准直器/Degr.	分光晶体	峰位 (2 θ)	背景 (2 θ)	探测器	峰位测量 时间/s	背景测量 时间/s	PHA/%	
1	As	K α	60	50	无	0.23	LiF200	33.957	32.499; 35.144	SC	40	20	50	150
2	Ba	L α	50	60	无	0.23	LiF200	87.169	89.171	FC	30	10	50	150
3	Cl	K α	30	100	无	0.46	PET	65.442	67.012	FC	30	10	50	150
4	Co	K α	60	50	无	0.23	LiF200	52.805	54.001	SC	30	10	50	150
5	Cr	K α	60	50	无	0.46	LiF200	69.364	67.207; 72.263	SC	20	10	50	150
6	Cu	K α	60	50	无	0.46	LiF200	45.022	44.205; 46.628	SC	30	10	50	150
7	Mn	K α	60	50	无	0.46	LiF200	62.984	/	SC	20	/	50	150
8	Ni	K α	60	50	无	0.46	LiF200	48.687	50.193	SC	20	6	50	150
9	P	K α	30	100	无	0.46	PET	89.402	91.516	FC	20	6	50	150
10	Pb	L β_1	60	50	无	0.23	LiF200	28.261	28.81	SC	40	20	50	150
11	S	K α	30	100	无	0.46	PET	75.73	79.532	FC	20	6	50	150
12	Sr	K α	60	50	无	0.23	LiF200	25.153	24.5	SC	10	4	50	150
13	Ti	K α	50	60	无	0.23	LiF200	86.154	89.171	FC	14	6	50	150
14	V	K α	50	60	无	0.23	LiF200	76.953	74.271	FC	30	10	50	150
15	Zn	K α	60	50	无	0.46	LiF200	41.815	42.532	SC	20	6	50	150
16	Zr	K α	60	50	无	0.23	LiF200	22.533	24.5	SC	20	6	50	150

序号	无机元素 或氧化物	谱线	电压/kV	电流/mA	滤光片	准直器/Degr.	分光晶体	峰位 (2θ)	背景 (2θ)	探测器	峰位测量 时间/s	背景测量 时间/s	PHA/%	
17	SiO ₂	Kα	30	100	无	0.46	PET	109.001	112.762	FC	30	10	40	250
18	Al ₂ O ₃	Kα	30	100	无	0.46	PET	144.615	147.812	FC	20	6	50	150
19	Fe ₂ O ₃	Kα	50	5	无	0.23	LiF200	57.523	59.619	SC	30	10	40	250
20	K ₂ O	Kα	50	60	无	0.46	LiF200	136.673	139.511	FC	10	4	50	150
21	Na ₂ O	Kα	30	100	无	0.46	XS-55	25.091	23.264	FC	30	10	50	150
22	CaO	Kα	50	60	无	0.23	LiF200	113.09	115.236	FC	20	6	50	150
23	MgO	Kα	30	100	无	0.46	XS-55	20.845	23.172	FC	30	10	50	160
注：“/”表示无参数。														

表 C.2 仪器分析参考条件 2

序号	无机元素 或氧化物	谱线	电压/kV	电流/mA	滤光片	准直器/ μm	分光晶体	峰位 (2 θ)	背景 (2 θ)	探测器	峰位测量 时间/s	背景测量 时间/s	PHA/%	
1	As	K α	60	60	Al[200 μm]	150	LiF200	33.997	0.7188; -0.5854	SC	34	20	15	78
2	Ba	L α	40	90	无	300	LiF200	87.1824	0.7544	FPC	34	12	30	65
3	Cl	K α	30	120	无	300	Ge111	92.7496	3.736; -1.5202	FPC	40	20	33	67
4	Co	K α	60	60	无	150	LiF200	52.8028	0.5696; -0.3816	SC	50	32	15	78
5	Cr	K α	50	72	无	300	LiF200	69.3552	0.6644	FPC	40	16	11	69
6	Cu	K α	60	60	Al[200 μm]	150	LiF200	44.9918	0.735	SC	40	20	15	78
7	Mn	K α	60	60	无	300	LiF200	62.9692	0.9986	FPC	30	10	15	68
8	Ni	K α	60	60	Al[200 μm]	150	LiF200	48.6674	0.8698	SC	40	20	24	75
9	P	K α	30	120	无	300	Ge 111	140.9938	1.5084	FPC	36	16	35	67
10	Pb	L β_1	60	60	Al[200 μm]	150	LiF200	28.2628	0.5474	SC	40	32	15	78
11	S	K α	30	120	无	300	Ge 111	110.7328	1.0818	FPC	40	16	35	65
12	Sr	K α	60	60	Al[200 μm]	150	LiF200	25.144	0.6488; -0.4850	SC	40	32	16	78
13	Ti	K α	50	72	无	300	LiF200	86.1554	-1.6446	FPC	30	10	26	71
14	V	K α	50	72	无	300	LiF200	76.9592	-0.7892	FPC	40	16	20	70
15	Zn	K α	60	60	Al[200 μm]	150	LiF200	41.7846	0.7988	SC	24	10	15	78
16	Zr	K α	60	60	Al[200 μm]	150	LiF200	22.5288	0.5542; -0.60	SC	24	20	20	78
17	SiO ₂	K α	30	120	无	300	PE 002	109.1528	2.2684	FPC	20	10	25	75
18	Al ₂ O ₃	K α	30	120	无	300	PE 002	144.8852	2.4712	FPC	20	10	22	78
19	Fe ₂ O ₃	K α	60	60	Al[200 μm]	150	LiF200	57.4848	0.7148	SC	20	10	15	78
20	K ₂ O	K α	30	120	无	300	LiF200	136.6612	2.1694	FPC	24	10	26	74
21	Na ₂ O	K α	30	120	无	700	PX1	27.5782	1.7150; -1.1278	FPC	50	32	35	67
22	CaO	K α	30	120	无	150	LiF200	113.0806	1.7004	FPC	20	10	25	75
23	MgO	K α	30	120	无	700	PX1	22.8514	0.925	FPC	40	20	33	67

表 C.3 仪器分析参考条件 3

序号	无机元素 或氧化物	谱线	电压/kV	电流/mA	滤光片	准直器	分光晶体	峰位 (2 θ)	背景 (2 θ)	探测器	峰位测量 时间/s	背景测量 时间/s	PHA/%	
1	As	K α	50	70	无	细	LiF200	33.962	33.405	SC	40	20	353	1991
2	Ba	L α	50	70	无	细	LiF200	87.172	88.322	SC	40	20	382	1854
3	Cl	K α	30	120	无	粗	Ge 111	92.753	91.903	FPC	40	20	250	1783
4	Co	K α	50	70	无	细	LiF200	52.761	54.001	SC	40	20	386	1859
5	Cr	K α	50	70	无	细	LiF200	69.323	68.780	SC	40	20	287	1764
6	Cu	K α	50	70	无	细	LiF200	44.987	44.405	SC	40	20	335	1854
7	Mn	K α	50	70	无	细	LiF200	62.933	61.892	SC	40	20	287	1642
8	Ni	K α	50	70	无	细	LiF200	48.636	47.904	SC	40	20	320	1958
9	P	K α	30	120	无	粗	Ge 111	141.191	139.798	FPC	40	20	316	1783
10	Pb	L β_1	50	70	无	细	LiF200	28.263	28.796	SC	40	20	335	1774
11	S	K α	30	120	无	粗	Ge 111	110.607	109.408	FPC	40	20	268	1637
12	Sr	K α	50	70	无	细	LiF200	25.114	24.609	SC	40	20	311	1552
13	Ti	K α	50	70	无	细	LiF200	86.106	84.507	FPC	20	10	250	1774
14	V	K α	50	70	无	细	LiF200	76.893	76.012	FPC	40	20	302	1840
15	Zn	K α	50	70	无	细	LiF200	41.764	41.309	SC	40	20	339	2000
16	Zr	K α	50	70	无	细	LiF200	22.510	22.052; 23.104	SC	40	20	448	1679
17	SiO ₂	K α	30	120	无	粗	PET 002	109.207	111.313	FPC	20	10	250	2000
18	Al ₂ O ₃	K α	30	120	无	粗	PET 002	145.106	143.588	FPC	20	10	250	2000
19	Fe ₂ O ₃	K α	50	70	无	细	LiF200	57.479	56.497	FPC	20	10	250	2000
20	K ₂ O	K α	50	70	无	细	LiF200	136.605	135.213	FPC	20	10	400	1689
21	Na ₂ O	K α	30	120	无	粗	XS_55	24.397	22.708	FPC	20	10	363	2000
22	CaO	K α	50	70	无	细	LiF200	113.082	111.325	FPC	20	10	550	1736
23	MgO	K α	30	120	无	粗	XS_55	20.208	21.915	FPC	20	10	300	2000

表 C.4 仪器分析参考条件 4

序号	无机元素 或氧化物	谱线	电压/kV	电流/mA	滤光片	准直器/Degr.	分光晶体	峰位 (2 θ)	背景 (2 θ)	探测器	峰位测量 时间/s	背景测量 时间/s	PHD/%	
1	As	Ka	60	60	无	0.15	LiF200	33.998	34.987	SC	40	20	30	120
2	Ba	La	40	90	无	0.15	LiF200	87.163	88.645	FPC	40	20	55	100
3	Cl	Ka	40	90	无	0.15	Ge 111	92.761	94.202	FPC	40	20	65	80
4	Co	Ka	60	60	无	0.15	LiF200	52.795	53.788	FPC	40	20	30	120
5	Cr	Ka	60	60	无	0.15	LiF200	69.354	70.350	FPC	40	20	30	120
6	Cu	Ka	60	60	无	0.15	LiF200	45.027	46.011	SC	40	20	30	120
7	Mn	Ka	60	60	无	0.15	LiF200	62.973	63.966	FPC	40	20	30	120
8	Ni	Ka	60	60	无	0.15	LiF200	48.667	49.659	SC	40	20	30	120
9	P	Ka	40	90	无	0.15	Ge 111	140.937	139.447	FPC	40	20	65	80
10	Pb	L β_1	60	60	无	0.15	LiF200	28.257	29.252	SC	40	20	30	120
11	S	Ka	40	90	无	0.15	Ge 111	110.614	112.084	FPC	40	20	65	80
12	Sr	Ka	60	60	无	0.15	LiF200	25.149	26.144	SC	40	20	30	120
13	Ti	Ka	40	90	无	0.15	LiF200	86.137	85.152	FPC	40	20	55	100
14	V	Ka	40	90	无	0.15	LiF200	76.933	75.930	FPC	40	20	30	120
15	Zn	Ka	60	60	无	0.15	LiF200	41.799	42.791	SC	40	20	30	120
16	Zr	Ka	60	60	无	0.15	LiF200	22.551	23.540	SC	40	20	30	120
17	SiO ₂	Ka	40	90	无	0.15	PET	109.028	110.517	FPC	40	20	30	120
18	Al ₂ O ₃	Ka	40	90	无	0.4	PET	144.668	143.234	FPC	40	20	30	120
19	Fe ₂ O ₃	Ka	60	60	无	0.15	LiF200	57.518	58.512	FPC	40	20	30	120
20	K ₂ O	Ka	40	90	无	0.15	LiF200	136.65	135.692	FPC	40	20	55	100
21	Na ₂ O	Ka	40	90	无	0.4	AX03	45.451	43.502	FPC	40	20	30	120
22	CaO	Ka	40	90	无	0.15	LiF200	113.086	112.096	FPC	40	20	55	100
23	MgO	Ka	40	90	无	0.4	AX03	37.422	39.336	FPC	40	20	30	120

表 C.5 仪器分析参考条件 5

序号	无机元素 或氧化物	谱线	电压/kV	电流/mA	滤光片	准直器	分光晶体	峰位 (2 θ)	背景 (2 θ)	探测器	峰位测量 时间/s	背景测量 时间/s	PHD/%	
1	As	K α	40	90	无	STD	LiF	33.900	35.000	SC	28	16	20	82
2	Ba	L α	40	90	无	STD	LiF	87.100	88.200	SC	28	16	20	80
3	Cl	K α	30	90	无	STD	Ge	92.760	95.000	FPC	40	20	16	78
4	Co	K α	40	90	无	STD	LiF	52.800	53.300	SC	28	16	24	86
5	Cr	K α	40	90	无	STD	LiF	69.350	70.500	SC	28	16	22	84
6	Cu	K α	40	90	无	STD	LiF	45.000	45.700	SC	28	16	16	88
7	Mn	K α	40	90	无	STD	LiF	62.950	63.700	SC	24	12	20	90
8	Ni	K α	40	90	无	STD	LiF	48.600	50.000	SC	28	16	20	86
9	P	K α	30	90	无	STD	Ge	141.030	143.000	FPC	30	16	20	86
10	Pb	L β_1	40	90	无	STD	LiF	28.200	28.700	SC	28	20	30	82
11	S	K α	30	90	无	STD	Ge	110.600	113.000	FPC	30	16	18	70
12	Sr	K α	40	90	无	STD	LiF	25.100	25.700	SC	28	12	20	80
13	Ti	K α	40	90	无	STD	LiF	86.100	84.500	FPC	20	12	26	68
14	V	K α	40	90	无	STD	LiF	76.900	78.100	SC	28	16	18	98
15	Zn	K α	40	90	无	STD	LiF	41.700	42.500	SC	28	16	20	86
16	Zr	K α	60	60	无	STD	LiF	22.500	23.150	SC	28	12	34	74
17	SiO ₂	K α	30	20	无	STD	PET	108.900	111.750	FPC	20	10	12	76
18	Al ₂ O ₃	K α	30	90	无	STD	PET	144.500	147.500	FPC	20	16	12	80
19	Fe ₂ O ₃	K β	40	50	无	STD	LiF	51.700	52.400	SC	20	12	16	94
20	K ₂ O	K α	30	120	无	STD	LiF	136.700	140.000	FPC	20	20	18	70
21	Na ₂ O	K α	30	120	无	STD	TAP	55.050	52.400	FPC	40	16	20	86
22	CaO	K α	30	30	无	STD	LiF	113.100	115.000	FPC	20	12	20	74
23	MgO	K α	30	120	无	STD	TAP	45.100	47.400	FPC	40	16	20	82

附 录 D
(资料性附录)
校准曲线范围

测定 16 种无机元素和 7 种氧化物的校准曲线范围见表 D.1。若建立曲线选用的有证标准样品不同，则校准曲线范围随之变化。当样品质量分数不超过有证标准样品的最高点质量分数时，可以使用本校准曲线。若样品质量分数超过有证标准样品的最高点质量分数，用其他方法比对验证后，可以使用本校准曲线。验证数据应妥善保管。已有验证数据的情况下，若样品测定结果中相同元素质量分数超过校准曲线最高点，不需要每次都进行验证。

表 D.1 本方法测定元素校准曲线范围

序号	无机元素或氧化物	质量分数范围	序号	无机元素或氧化物	质量分数范围
1	As	4.4~412	13	Ti	1900~57800
2	Ba	118~1210	14	Zn	30~780
3	Cl	38~40000	15	Zr	134~500
4	Co	5.0~97	16	V	36~247
5	Cr	25~410	17	SiO ₂	32.7~78.3
6	Cu	11.4~390	18	Al ₂ O ₃	9.65~29.3
7	Mn	304~2490	19	Fe ₂ O ₃	2~18.8
8	Ni	9.6~276	20	K ₂ O	0.2~3.28
9	P	228~1150	21	Na ₂ O	0.08~8.96
10	Pb	13.4~636	22	CaO	0.1~8.27
11	S	108~27000	23	MgO	0.26~2.96
12	Sr	20~2570	—	—	—

注：无机元素质量分数的单位为 mg/kg，氧化物质量分数的单位为%。

附 录 E
(资料性附录)
定性及无标样定量分析

E.1 方法原理

X 射线荧光光谱无标样分析方法适用于不明来源、不明基体固体废物样品中 70 多种元素的快速定性和定量分析,测量范围从痕量 (mg/kg) 到 100%。在仪器上建立应用程序时,以预先设置的测量条件,测量一套通用标样中每个元素分析谱线的强度,得到该仪器对各分析谱线的灵敏度因子,形成一个灵敏度因子库。对于未知样,定性分析确认元素组成后,从事先建立的灵敏度因子库中选择相应谱线的灵敏度因子对目标元素进行定量分析。

E.2 基本操作步骤

调用无标样分析软件应用程序,输入样品基本信息,选择样品状态,包括粉末、粉末压片或者熔融玻璃片。根据软件预先设置的测量条件,利用无标样定量分析软件确定样品的元素组成及质量分数。

E.3 质量保证和质量控制

采用无标样分析法分析时,每 20 个样品或每批次(少于 20 个样品)应至少测定 1 个有证标准样品,其测定值的正确度合格指标见表 E.1。

表 E.1 无标样分析法有证标准样品的正确度要求

质量分数范围	正确度
	$\Delta \lg w(\text{GBW}) = \lg w_i - \lg w_s $
$w_i < 1\%$	≤ 0.20
$1\% \leq w_i < 5\%$	≤ 0.14
$w_i \geq 5\%$	≤ 0.10

注: w_i 为每个 GBW 标准物质的单次测定值; w_s 为 GBW 标准物质的标准值。

采用无标样分析法分析每批样品时,每 20 个样品或每批次(少于 20 个样品)应至少测定 1 个平行样,测定结果的最大允许相对偏差见表 E.2。

表 E.2 无标样分析法平行双样的最大允许相对偏差

质量分数范围/（mg/kg）	最大允许相对偏差/（%）
$\bar{w} < 10$	± 40
$10 \leq \bar{w} < 100$	± 20
$\bar{w} \geq 100$	± 10

注： $\bar{w}$ 为平行双样测定结果的算术平均值。

E.4 样品分析程序判断

由于固体废物类型多样、成分复杂，对样品分析的准确度要求也有差异。分析人员可根据样品状态、实验室具备的系列标准样品等实际情况选择样品分析实验方案，固体废物样品分析工作路线示意图见图 E.1。

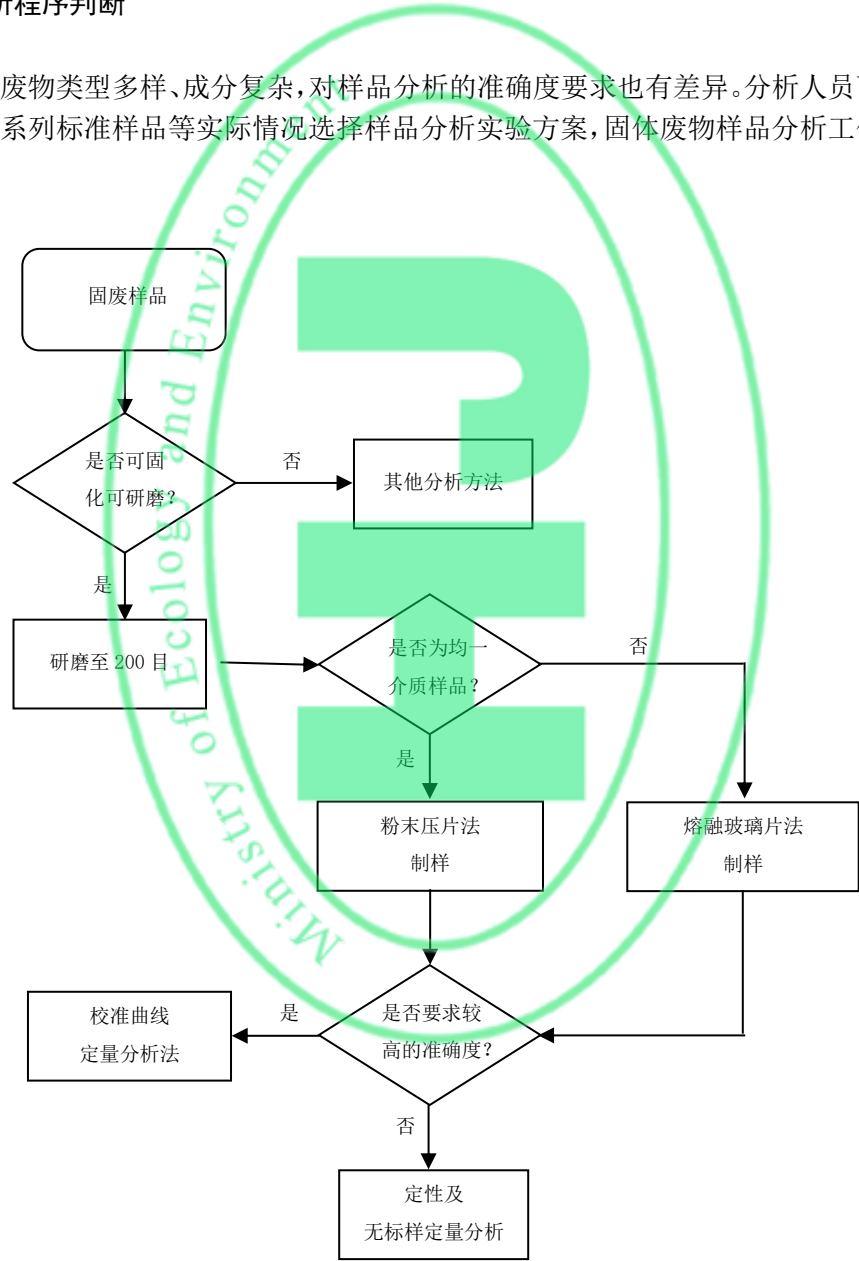


图 E.1 固体废物样品分析工作路线示意图

附 录 F
(资料性附录)
方法的准确度

6 家实验室对固体废物有证标准样品和实际样品分别进行 6 次重复测定获得的精密度，方法精密度数据见表 F.1 和表 F.2。
6 家实验室对固体废物有证标准样品和实际样品分别进行 6 次重复测定获得的正确度，方法正确度数据见表 F.3 和表 F.4。

表 F.1 方法精密度汇总表（熔融玻璃片法）

序号	无机元素 或氧化物	样品	测定平均值	实验室内相对 标准偏差/%	实验室间相对 标准偏差/%	重复性限	再现性限
1	As	GSB 07-3272-2015（污染土壤）	296	0.4~2.9	6.0	14	51
		GSB 07-3273-2015（烟尘）	18	3.8~17	24	6	13
		粉煤灰实际样品1#	36	1.9~7.5	8.3	5	10
		粉煤灰实际样品2#	22	4.6~11	11	7	9
2	Ba	GSB 07-3272-2015（污染土壤）	316	2.3~8.1	5.7	51	66
		GSB 07-3273-2015（烟尘）	955	1.2~8.8	9.2	1.6×10^2	2.8×10^2
		GSD-16（沉积物）	577	1.4~8.3	4.1	70	88
		ZBK403（炉渣）	1.08×10^3	0.9~3.0	16	65	4.9×10^2
		粉煤灰实际样品1#	4.73×10^3	1.9~5.0	23	3.7×10^2	3.1×10^3
		粉煤灰实际样品2#	2.13×10^3	0.7~6.0	20	1.3×10^2	1.2×10^3
3	Co	GSB 07-3272-2015（污染土壤）	14	5.9~20	28	5	12
		GSB 07-3273-2015（烟尘）	23	5.6~10	21	5	14
		粉煤灰实际样品1#	34	3.0~13	6.8	7	9
		粉煤灰实际样品2#	26	3.9~9.9	8.3	6	8

序号	无机元素 或氧化物	样品	测定平均值	实验室内相对 标准偏差/%	实验室间相对 标准偏差/%	重复性限	再现性限
4	Cr	GSB 07-3272-2015 (污染土壤)	63	3.1~8.7	2.4	11	10
		GSB 07-3273-2015 (烟尘)	64	2.5~17	11	22	28
		GSD-16 (沉积物)	23	11~18	11	11	12
		ZBK403 (炉渣)	69	2.5~14	17	12	34
		GFe-8 (铁矿石)	63	2.4~12	14	15	26
		粉煤灰实际样品1#	271	1.3~5.2	6.3	21	51
		粉煤灰实际样品2#	236	0.9~10	5.4	30	45
5	Cu	GSB 07-3272-2015 (污染土壤)	71	1.3~7.8	3.5	8	10
		GSB 07-3273-2015 (烟尘)	67	1.7~11	5.8	14	17
		粉煤灰实际样品1#	110	4.4~6.4	6.6	16	25
		粉煤灰实际样品2#	78	4.0~5.0	4.3	8	11
6	Mn	GSB 07-3272-2015 (污染土壤)	2.44×10^3	0.5~1.0	4.2	53	2.9×10^2
		GSB 07-3273-2015 (烟尘)	563	0.7~6.4	3.3	64	78
		GSD-16 (沉积物)	281	1.2~3.5	11	18	87
		ZBK403 (炉渣)	3.65×10^3	0.1~2.4	13	1.1×10^2	1.3×10^3
		GFe-8 (铁矿石)	752	0.9~8.9	7.2	1.2×10^2	1.8×10^2
		粉煤灰实际样品1#	547	1.2~2.1	9.7	28	1.5×10^2
		粉煤灰实际样品2#	439	0.6~3.4	11	22	1.3×10^2
7	Ni	GSB 07-3272-2015 (污染土壤)	28	4.2~12	8.9	7	9
		GSB 07-3273-2015 (烟尘)	46	2.8~12	6.4	10	12
		粉煤灰实际样品1#	110	1.2~5.4	4.0	11	16
		粉煤灰实际样品2#	84	1.3~12	4.7	14	17
8	P	GSB 07-3272-2015 (污染土壤)	963	0.7~2.8	2.0	40	65
		GSB 07-3273-2015 (烟尘)	1.32×10^3	0.3~11	6.5	2.8×10^2	3.5×10^2
		GSD-16 (沉积物)	312	1.7~3.2	3.4	23	37
		ZBK403 (炉渣)	150	2.1~4.7	9.6	15	43

序号	无机元素 或氧化物	样品	测定平均值	实验室内相对 标准偏差/%	实验室间相对 标准偏差/%	重复性限	再现性限
8	P	GFe-8 (铁矿石)	108	1.5~7.9	4.4	17	20
		粉煤灰实际样品1#	2.74×10^3	1.4~4.0	2.8	2.1×10^2	2.9×10^2
		粉煤灰实际样品2#	1.84×10^3	0.5~1.2	1.5	53	90
9	Pb	GSB 07-3272-2015 (污染土壤)	954	0.6~2.7	4.5	42	1.3×10^2
		GSB 07-3273-2015 (烟尘)	130	1.4~5.8	10	14	40
		GSD-16 (沉积物)	32	6.5~16	8.8	22	20
		粉煤灰实际样品1#	79	0.1~15	11	21	31
		粉煤灰实际样品2#	42	0~12	9.5	10	14
10	S	GSB 07-3272-2015 (污染土壤)	349	10~23	13	1.6×10^2	2.0×10^2
		GSB 07-3273-2015 (烟尘)	1.89×10^3	0.6~11	8.6	3.8×10^2	5.7×10^2
		GSD-16 (沉积物)	105	8.1~12	12	29	41
		ZBK403 (炉渣)	7.10×10^3	0.2~2.1	5.6	1.7×10^2	1.1×10^3
		粉煤灰实际样品1#	2.26×10^4	2.0~2.8	7.1	1.4×10^3	4.6×10^3
		粉煤灰实际样品2#	1.51×10^4	2.1~3.1	11	1.0×10^3	4.6×10^3
11	Sr	GSB 07-3272-2015 (污染土壤)	30	0.9~13	30	6	26
		GSB 07-3273-2015 (烟尘)	1.30×10^3	0.1~3.8	7.3	1.0×10^2	2.8×10^2
		GSD-16 (沉积物)	259	0.8~2.1	6.8	10	50
		ZBK403 (炉渣)	776	0.1~3.6	6.2	34	1.4×10^2
		GFe-8 (铁矿石)	40	0.9~6.8	16	5	19
		粉煤灰实际样品1#	2.82×10^3	1.2~2.3	4.8	1.4×10^2	4.0×10^2
		粉煤灰实际样品2#	1.23×10^3	0.5~0.9	4.0	25	1.4×10^2
12	Ti	GSB 07-3272-2015 (污染土壤)	4.05×10^3	0.8~1.2	3.8	1.1×10^2	4.4×10^2
		GSB 07-3273-2015 (烟尘)	6.83×10^3	0.1~9.0	5.2	1.2×10^3	1.5×10^3
		GSD-16 (沉积物)	1.53×10^3	0.8~1.6	10	48	4.3×10^2
		ZBK403 (炉渣)	4.32×10^3	0.1~3.2	12	1.8×10^2	1.5×10^3
		GFe-8 (铁矿石)	594	0.6~6.4	1.5	69	63

序号	无机元素 或氧化物	样品	测定平均值	实验室内相对 标准偏差/%	实验室间相对 标准偏差/%	重复性限	再现性限
12	Ti	粉煤灰实际样品1#	5.78×10^3	1.0~2.9	3.7	2.7×10^2	6.5×10^2
		粉煤灰实际样品2#	6.33×10^3	0.6~2.7	2.4	1.4×10^2	4.5×10^2
13	V	GSB 07-3272-2015 (污染土壤)	97	1.7~9.7	14	17	41
		GSB 07-3273-2015 (烟尘)	134	3.7~11	6.5	25	34
		GSD-16 (沉积物)	35	3.7~17	5.5	11	11
		ZBK403 (炉渣)	50	2.2~13	1.0	13	11
		GFe-8 (铁矿石)	52	3.5~16	20	15	31
		粉煤灰实际样品1#	198	1.3~4.7	11	17	62
		粉煤灰实际样品2#	172	2.1~3.6	4.6	14	26
14	Zn	GSB 07-3272-2015 (污染土壤)	523	0.7~2.8	3.2	25	53
		GSB 07-3273-2015 (烟尘)	145	1.2~12	6.2	27	35
		GSD-16 (沉积物)	25	7.3~17	7.7	9	9
		ZBK403 (炉渣)	37	2.9~12	4.0	7	7
		GFe-8 (铁矿石)	32	12~14	8.1	15	14
		粉煤灰实际样品1#	125	1.1~4.9	5.6	10	21
		粉煤灰实际样品2#	73	2.3~8.7	7.1	9	17
15	Zr	GSB 07-3272-2015 (污染土壤)	239	1.2~3.1	5.9	14	42
		GSB 07-3273-2015 (烟尘)	579	0.2~3.9	11	52	1.9×10^2
		GSD-16 (沉积物)	77	2.3~3.7	3.9	7	10
		ZBK403 (炉渣)	288	0.4~3.2	7.5	11	61
		粉煤灰实际样品1#	335	0.6~2.4	23	14	2.1×10^2
		粉煤灰实际样品2#	292	0.4~2.8	11	13	94
16	SiO ₂	GSB 07-3272-2015 (污染土壤)	63.8	1.3~5.3	5.6	4.6	11
		GSB 07-3273-2015 (烟尘)	43.5	0.2~14	8.1	11	14
		GSD-16 (沉积物)	72.5	1.0~1.5	5.5	2.5	11
		ZBK403 (炉渣)	29.2	0.1~3.9	2.9	1.3	2.6

序号	无机元素 或氧化物	样品	测定平均值	实验室内相对 标准偏差/%	实验室间相对 标准偏差/%	重复性限	再现性限
16	SiO ₂	GFe-8 (铁矿石)	7.95	0.3~2.3	6.0	0.27	1.4
		粉煤灰实际样品1#	46.8	1.1~3.7	2.5	2.7	4.0
		粉煤灰实际样品2#	50.0	0.6~3.7	5.4	1.4	7.7
17	Al ₂ O ₃	GSB 07-3272-2015 (污染土壤)	13.6	1.2~5.9	2.1	1.0	1.2
		GSB 07-3273-2015 (烟尘)	29.4	0.3~14	5.6	7.1	8.0
		GSD-16 (沉积物)	11.6	0.9~1.7	1.9	0.45	0.73
		ZBK403 (炉渣)	17.9	0.1~2.7	3.0	0.57	1.6
		GFe-8 (铁矿石)	1.05	1.1~9.0	7.9	0.11	0.25
		粉煤灰实际样品1#	21.1	1.4~3.5	1.8	1.1	1.5
18	Fe ₂ O ₃	GSB 07-3272-2015 (污染土壤)	6.71	0.5~0.9	2.3	0.17	0.46
		GSB 07-3273-2015 (烟尘)	4.40	0.1~6.7	3.6	0.54	0.67
		GSD-16 (沉积物)	1.84	0~1.0	2.9	0.04	0.15
		ZBK403 (炉渣)	0.67	0~2.1	8.4	0.02	0.16
		GFe-8 (铁矿石)	95.1	0.3~13	3.6	21	20
		粉煤灰实际样品1#	9.78	0.9~2.0	18	0.39	4.8
		粉煤灰实际样品2#	6.50	0.7~2.0	2.3	0.13	0.44
19	K ₂ O	GSB 07-3272-2015 (污染土壤)	1.94	0.4~1.6	1.5	0.07	0.10
		GSB 07-3273-2015 (烟尘)	1.05	0.2~5.5	2.3	0.10	0.11
		GSD-16 (沉积物)	2.97	0.9~1.4	1.6	0.09	0.16
		ZBK403 (炉渣)	0.41	0~3.9	12	0.03	0.14
		粉煤灰实际样品1#	1.57	0.4~1.6	4.5	0.04	0.20
20	Na ₂ O	GSD-16 (沉积物)	3.24	1.6~8.0	12	0.55	1.2
		粉煤灰实际样品2#	1.35	0.9~11	17	1.1	1.1

序号	无机元素 或氧化物	样品	测定平均值	实验室内相对 标准偏差/%	实验室间相对 标准偏差/%	重复性限	再现性限
21	CaO	GSB 07-3272-2015 (污染土壤)	0.36	0~6.7	14	0.03	0.14
		GSB 07-3273-2015 (烟尘)	5.96	0.2~7.1	6.2	0.76	1.25
		GSD-16 (沉积物)	2.74	0.8~2.0	5.4	0.10	0.42
		粉煤灰实际样品1#	6.11	0~2.9	10	1.2	10
		粉煤灰实际样品2#	4.82	0~4.7	10	0.02	0.08
22	MgO	GSB 07-3272-2015 (污染土壤)	2.47	1.1~8.6	2.3	0.26	0.28
		GSB 07-3273-2015 (烟尘)	0.95	0.4~9.1	4.7	0.17	0.20
		GSD-16 (沉积物)	0.78	2.3~7.5	14	0.10	0.33
		粉煤灰实际样品1#	1.43	0~3.2	7.6	0.42	2.4
		粉煤灰实际样品2#	1.67	1.6~4.2	4.6	0.02	0.04

注：无机元素质量分数的单位为mg/kg，氧化物质量分数的单位为%。

表 F.2 方法精密度汇总表（粉末压片法）

序号	无机元素 或氧化物	样品	测定平均值	实验室内相对 标准偏差/%	实验室间相对 标准偏差/%	重复性限	再现性限
1	As	GSB 07-3272-2015（污染土壤）	293	0.2~5.2	5.6	21	50
		GSB 07-3273-2015（烟尘）	19	2.4~8.1	14	2	8
		粉煤灰实际样品3#	24	1.6~5.2	16	2	11
		粉煤灰实际样品4#	32	9.9~17	19	14	22
		污泥实际样品	43	0.3~4.3	22	2	27
		污染土壤实际样品	11	2.2~9.6	5.2	3	3
2	Ba	GSB 07-3272-2015（污染土壤）	337	0.8~8.2	8.7	34	88
		GSB 07-3273-2015（烟尘）	995	0.4~3.3	12	45	3.4×10^2
		GSS-7（土壤）	168	2.6~6.7	18	22	88
		粉煤灰实际样品3#	1.15×10^3	1.1~3.0	11	67	3.5×10^2
		污泥实际样品	848	0.6~3.8	22	41	5.2×10^2
		污染土壤实际样品	442	0.7~1.7	3.3	16	42
3	Cl	GSB 07-3272-2015（污染土壤）	55	2.2~13	3.9	12	11
		GSS-7（土壤）	96	0.8~3.5	11	6	29
		粉煤灰实际样品4#	199	0~6.8	26	17	1.4×10^2
		污泥实际样品	396	0~6.0	9.6	45	1.1×10^2
		污染土壤实际样品	41	0~0.4	22	8	25
4	Co	GSB 07-3272-2015（污染土壤）	13	2.8~14	15	3	6
		GSB 07-3273-2015（烟尘）	29	1.7~8.0	14	5	12
		GSS-7（土壤）	98	0.5~3.3	7.8	4	22
		粉煤灰实际样品3#	25	1.6~6.5	12	3	9
		粉煤灰实际样品4#	31	3.5~10	7.7	5	8
		污泥实际样品	43	0.4~4.4	8.6	3	11
		污染土壤实际样品	17	2.3~7.5	18	2	9
5	Cr	GSB 07-3272-2015（污染土壤）	66	0.7~6.1	9.3	8	19
		GSB 07-3273-2015（烟尘）	64	0.7~4.2	9.8	6	18

序号	无机元素 或氧化物	样品	测定平均值	实验室内相对 标准偏差/%	实验室间相对 标准偏差/%	重复性限	再现性限
5	Cr	GSS-7（土壤）	408	0.3~4.0	3.8	21	48
		粉煤灰实际样品3#	294	1.2~4.1	18	22	1.5×10^2
		粉煤灰实际样品4#	243	3.0~5.7	13	31	94
		污泥实际样品	141	0.5~8.1	15	15	61
		污染土壤实际样品	102	0.8~10	8.8	20	31
6	Cu	GSB 07-3272-2015（污染土壤）	68	1.0~5.2	9.2	6	18
		GSB 07-3273-2015（烟尘）	63	1.0~3.1	8.5	3	15
		GSS-7（土壤）	104	0.7~3.9	3.9	5	12
		粉煤灰实际样品3#	78	1.7~3.8	5.9	5	14
		粉煤灰实际样品4#	99	7.3~11	5.9	28	30
		污泥实际样品	272	0.2~2.3	26	9	2.0×10^2
		污染土壤实际样品	29	0.8~4.7	15	3	12
7	Mn	GSB 07-3272-2015（污染土壤）	2.50×10^3	0.2~0.4	3.7	23	2.6×10^2
		GSB 07-3273-2015（烟尘）	564	0.4~1.1	9.2	14	1.5×10^2
		GSS-7（土壤）	1.80×10^3	0.2~0.6	4.8	23	2.4×10^2
		粉煤灰实际样品3#	620	0.4~4.0	22	38	3.8×10^2
		粉煤灰实际样品4#	468	2.9~7.6	8.2	77	1.2×10^2
		污泥实际样品	2.32×10^3	0.2~0.5	4.3	22	2.8×10^2
		污染土壤实际样品	675	0.5~4.4	4.7	39	95
8	Ni	GSB 07-3272-2015（污染土壤）	27	1.1~8.6	13	4	10
		GSB 07-3273-2015（烟尘）	43	1.9~4.3	10	4	12
		GSS-7（土壤）	280	0.3~1.7	3.2	7	26
		粉煤灰实际样品3#	98	0.9~3.0	3.3	6	10
		粉煤灰实际样品4#	101	5.4~11	2.7	25	24
		污泥实际样品	25	0.8~6.5	6.0	3	5
		污染土壤实际样品	29	1.0~7.7	12	4	10

序号	无机元素 或氧化物	样品	测定平均值	实验室内相对 标准偏差/%	实验室间相对 标准偏差/%	重复性限	再现性限
9	P	GSB 07-3272-2015 (污染土壤)	956	0.5~1.2	4.9	23	1.3×10^2
		GSB 07-3273-2015 (烟尘)	1.36×10^3	0.8~3.9	16	70	6.3×10^2
		GSS-7 (土壤)	1.13×10^3	0.3~0.9	5.8	18	1.8×10^2
		粉煤灰实际样品3#	1.01×10^3	0.9~3.6	19	61	5.4×10^2
		粉煤灰实际样品4#	2.40×10^3	7.0~16	12	8.4×10^2	1.1×10^3
		污泥实际样品	2.12×10^4	0.2~0.3	5.4	1.3×10^2	3.2×10^3
		污染土壤实际样品	575	0.7~1.3	3.9	18	64
10	Pb	GSB 07-3272-2015 (污染土壤)	927	0.1~4.0	7.5	64	2.0×10^2
		GSB 07-3273-2015 (烟尘)	125	1.3~3.6	9.2	10	34
		GSS-7 (土壤)	14	2.7~13	19	4	9
		粉煤灰实际样品3#	60	1.1~5.5	6.3	6	12
		粉煤灰实际样品4#	82	5.7~11	8.4	19	26
		污泥实际样品	74	0.6~2.4	28	3	58
		污染土壤实际样品	90	0.6~3.9	7.8	6	20
11	S	GSB 07-3272-2015 (污染土壤)	330	0.9~5.1	12	23	1.2×10^2
		GSB 07-3273-2015 (烟尘)	1.71×10^3	0.8~1.7	16	59	7.6×10^2
		GSS-7 (土壤)	275	0.7~19	8.3	68	89
		粉煤灰实际样品3#	6.28×10^3	1.0~3.3	16	4.0×10^2	2.8×10^3
		粉煤灰实际样品4#	1.42×10^4	8.0~10	11	3.7×10^3	5.4×10^3
		污泥实际样品	4.04×10^3	0.2~3.1	14	2.1×10^2	1.6×10^3
		污染土壤实际样品	368	0.9~20	13	94	1.6×10^2
12	Sr	GSB 07-3272-2015 (污染土壤)	33	1.0~4.0	4.8	2	5
		GSB 07-3273-2015 (烟尘)	1.24×10^3	0.3~2.8	9.7	54	3.4×10^2
		GSS-7 (土壤)	29	0.5~4.6	7.0	2	6
		粉煤灰实际样品3#	754	0.9~4.6	3.1	56	79
		污泥实际样品	98	0.5~2.8	23	5	63

序号	无机元素 或氧化物	样品	测定平均值	实验室内相对 标准偏差/%	实验室间相对 标准偏差/%	重复性限	再现性限
12	Sr	污染土壤实际样品	58	0.4~4.1	10	4	16
13	Ti	GSB 07-3272-2015 (污染土壤)	4.19×10^3	0.2~1.2	3.2	80	3.8×10^2
		GSB 07-3273-2015 (烟尘)	7.15×10^3	0.5~0.9	9.0	1.5×10^2	1.8×10^3
		GSS-7 (土壤)	2.04×10^4	0.2~0.4	3.6	1.9×10^2	2.0×10^3
		粉煤灰实际样品3#	5.43×10^3	0.5~3.1	6.7	2.6×10^2	1.0×10^3
		粉煤灰实际样品4#	6.68×10^3	1.8~3.1	9.2	4.7×10^2	1.8×10^3
		污泥实际样品	4.61×10^3	0.1~0.8	5.0	62	6.5×10^2
		污染土壤实际样品	4.61×10^3	0.6~1.5	5.8	1.2×10^2	7.5×10^2
14	V	GSB 07-3272-2015 (污染土壤)	91	0.7~7.6	6.5	9	19
		GSB 07-3273-2015 (烟尘)	131	1.2~5.2	7.1	10	27
		GSS-7 (土壤)	248	0.2~1.8	4.6	8	32
		粉煤灰实际样品3#	156	1.0~3.3	6.7	10	30
		粉煤灰实际样品4#	196	4.6~18	3.0	56	45
		污泥实际样品	104	0.7~6.6	5.7	10	19
		污染土壤实际样品	109	0.8~5.7	7.4	8	24
15	Zn	GSB 07-3272-2015 (污染土壤)	503	0.2~4.3	6.9	36	1.0×10^2
		GSB 07-3273-2015 (烟尘)	141	0.5~2.4	8.3	6	33
		GSS-7 (土壤)	152	0.4~2.2	2.7	6	12
		粉煤灰实际样品3#	115	1.9~3.4	4.2	9	16
		污泥实际样品	677	0.3~2.1	24	23	4.6×10^2
		污染土壤实际样品	493	0.2~3.7	9.5	29	1.3×10^2
16	Zr	GSB 07-3272-2015 (污染土壤)	235	1.1~5.2	9.0	22	63
		GSB 07-3273-2015 (烟尘)	565	0.3~2.6	12	20	2.0×10^2
		GSS-7 (土壤)	337	0.3~1.4	3.2	9	32
		粉煤灰实际样品3#	323	1.2~3.6	5.6	20	54
		粉煤灰实际样品4#	364	5.5~9.5	4.3	82	87

序号	无机元素 或氧化物	样品	测定平均值	实验室内相对 标准偏差/%	实验室间相对 标准偏差/%	重复性限	再现性限
16	Zr	污泥实际样品	148	0.5~2.2	24	5	99
		污染土壤实际样品	243	0.7~4.4	6.6	16	47
17	SiO ₂	GSB 07-3272-2015 (污染土壤)	65.1	0.1~0.4	3.7	0.46	6.8
		GSB 07-3273-2015 (烟尘)	50.3	0.7~4.4	8.2	2.8	12
		GSS-7 (土壤)	36.0	0~0.4	7.0	0.24	7.1
		粉煤灰实际样品3#	61.0	0.9~2.6	7.9	2.6	14
		粉煤灰实际样品4#	52.2	0.7~2.9	4.5	2.4	6.9
		污泥实际样品	45.6	0.1~0.5	11	0.35	15
		污染土壤实际样品	63.3	0.1~0.6	4.4	0.55	7.8
18	Al ₂ O ₃	GSB 07-3272-2015 (污染土壤)	13.9	0.2~0.8	4.8	0.25	1.9
		GSB 07-3273-2015 (烟尘)	31.3	0.5~1.5	4.9	0.87	4.4
		GSS-7 (土壤)	27.8	0.1~0.8	5.2	0.34	4.0
		粉煤灰实际样品3#	24.0	0.6~3.2	11	1.2	7.8
		粉煤灰实际样品4#	24.9	0.8~4.7	7.4	2.0	5.4
		污泥实际样品	15.5	0.1~0.5	5.1	0.15	2.2
		污染土壤实际样品	14.6	0.5~0.8	4.4	0.27	1.8
19	Fe ₂ O ₃	GSB 07-3272-2015 (污染土壤)	6.84	0.1~0.4	1.6	0.05	0.30
		GSB 07-3273-2015 (烟尘)	4.56	0.4~4.2	8.2	0.23	1.1
		GSS-7 (土壤)	18.9	0.1~0.3	4.5	0.12	2.4
		粉煤灰实际样品3#	5.21	0.3~2.8	6.1	0.21	0.91
		粉煤灰实际样品4#	7.45	5.7~12	7.1	2.0	2.4
		污泥实际样品	6.87	0.1~0.4	5.8	0.05	1.1
		污染土壤实际样品	4.97	0.2~0.4	2.4	0.03	0.33
20	K ₂ O	GSB 07-3272-2015 (污染土壤)	1.99	0.2~0.5	2.4	0.02	0.13
		GSB 07-3273-2015 (烟尘)	1.02	0.6~1.2	7.7	0.03	0.22
		粉煤灰实际样品3#	2.62	0.6~3.0	6.2	0.12	0.47

序号	无机元素 或氧化物	样品	测定平均值	实验室内相对 标准偏差/%	实验室间相对 标准偏差/%	重复性限	再现性限
20	K ₂ O	污泥实际样品	1.60	2.8~4.1	4.3	0.02	0.19
		粉煤灰实际样品4#	1.61	0~0.5	4.1	0.01	0.19
		污染土壤实际样品	2.40	0.3~0.7	3.5	0.04	0.24
21	Na ₂ O	GSB 07-3273-2015（烟尘）	0.60	1.2~2.4	18	0.03	0.31
		粉煤灰实际样品3#	0.95	0.8~3.0	11	0.04	0.30
		粉煤灰实际样品4#	1.32	0.8~3.5	5.1	0.39	0.40
		土壤实际样品	0.72	0.4~2.4	11	0.03	0.23
22	CaO	GSB 07-3272-2015（污染土壤）	0.38	0.5~1.6	5.2	0.01	0.06
		GSB 07-3273-2015（烟尘）	5.86	0.3~1.2	4.7	0.11	0.78
		GSS-7（土壤）	0.20	0~3.3	14	0.01	0.08
		粉煤灰实际样品3#	3.96	0.6~3.9	5.8	0.21	0.67
		粉煤灰实际样品4#	5.09	4.7~7.4	2.5	0.88	0.88
		污泥实际样品	2.27	0.2~0.5	3.8	0.02	0.24
		土壤实际样品	0.98	0.4~1.1	2.3	0.02	0.07
23	MgO	GSB 07-3272-2015（污染土壤）	2.66	0.3~1.2	5.3	0.06	0.40
		GSB 07-3273-2015（烟尘）	0.84	0.4~1.2	7.8	0.02	0.18
		GSS-7（土壤）	0.24	0~2.5	18	0.01	0.12
		粉煤灰实际样品3#	1.09	0.7~2.4	13	0.04	0.40
		粉煤灰实际样品4#	1.54	0.1~6.0	6.4	0.26	0.36
		污泥实际样品	0.81	0.2~1.1	9.8	0.02	0.22
		土壤实际样品	2.30	0.6~1.9	7.9	0.07	0.51
注：无机元素质量分数的单位为mg/kg，氧化物质量分数的单位为%。							

表 F.3 方法正确度汇总表（熔融玻璃片法）

序号	无机元素 或氧化物	样品	标称值及 不确定度	测定 平均值	相对误差 /%	相对误差 最终值/%
1	As	GSB 07-3272-2015（污染土壤）	297±11	296	-5.9~9.8	-0.48±12
2	Ba	GSB 07-3272-2015（污染土壤）	326±11	316	-12~2.5	-3.2±11
		GSD-16（沉积物）	600±20	579	-8.8~0.4	-3.5±7.3
3	Co	GSB 07-3272-2015（污染土壤）	11.2±0.7	12	-5.4~19	9.8±18
		GSB 07-3273-2015（烟尘）	27.6±1.1	24	-19~-3.0	-7.8±16
4	Cr	GSB 07-3272-2015（污染土壤）	63.6±4.1	63	-3.4~3.2	-0.59±5.7
		GSB 07-3273-2015（烟尘）	67.9±4.5	67	-13~1.8	-1.7±12
		GSD-16（沉积物）	21±3	22	0.5~13	5.2±12
5	Cu	GSB 07-3272-2015（污染土壤）	71.8±1.5	71	-7.1~1.8	-1.1±6.9
		GSB 07-3273-2015（烟尘）	65.1±1.8	67	-10~7.4	3.1±12
6	Mn	GSB 07-3272-2015（污染土壤）	2460±70	2.44×10 ³	-6.2~5.8	-0.86±8.3
		GSB 07-3273-2015（烟尘）	584±14	563	-9.2~-1.4	-3.5±6.4
		GSD-16（沉积物）	290±7	291	-11~6.0	0.4±14
		GFe-8（铁矿石）	720±30	752	-2.9~13	4.5±15
7	Ni	GSB 07-3272-2015（污染土壤）	29.7±1.3	28	-16~8.0	-4.4±17
		GSB 07-3273-2015（烟尘）	42.4±1.7	44	-13~17	4.0±21
8	P	GSD-16（沉积物）	335±15	312	-12~-3.4	-6.8±6.4
		GFe-8（铁矿石）	120	108	-14~-3.2	-9.6±8.1
9	Pb	GSB 07-3272-2015（污染土壤）	975±39	954	-7.8~5.6	-2.1±8.8
		GSB 07-3273-2015（烟尘）	126±6	130	-11~18	3.0±21
		GSD-16（沉积物）	31±2	32	-5.9~13	4.6±14
10	S	GSD-16（沉积物）	87±10	86	-22~27	-1.7±38
11	Sr	GSD-16（沉积物）	253±13	259	-5.8~13	2.4±14
12	Ti	GSB 07-3272-2015（污染土壤）	3970±130	4.05×10 ³	-4.6~6.7	2.0±7.8
		GSD-16（沉积物）	1460±110	1.48×10 ³	-7.1~12	1.4±14
		GFe-8（铁矿石）	600±30	594	-3.1~0.7	-1.1±3.0
13	V	GSB 07-3272-2015（污染土壤）	89.3±3.3	91	0.9~11	4.2±8.6
		GSB 07-3273-2015（烟尘）	142±4	134	-14~5.4	-5.3±12
		GSD-16（沉积物）	31±1	35	0.4~17	13±13
14	Zn	GSB 07-3272-2015（污染土壤）	523±16	523	-4.2~5.8	0.10±6.5
		GSB 07-3273-2015（烟尘）	141±5	145	-7.0~11	3.0±13
		GSD-16（沉积物）	27±2	23	-15~7.1	-5.7±18
15	Zr	GSD-16（沉积物）	71±7	77	4.2~15	8.1±8.3
16	SiO ₂	GSD-16（沉积物）	74.33±0.23	72.5	-13~0.3	-2.5±11
		GFe-8（铁矿石）	8.07±0.11	7.95	-11~5.3	-1.5±12
17	Al ₂ O ₃	GSB 07-3272-2015（污染土壤）	13.6±0.34	13.6	-3.0~1.7	0.15±4.2
		GSB 07-3273-2015（烟尘）	31.5±7.5	29.4	-12~1.6	-6.7±11
		GSD-16（沉积物）	11.65±0.13	11.6	-3.6~0.9	-0.6±3.6
		GFe-8（铁矿石）	1.08±0.08	1.05	-16~4.9	-2.7±15

续表

序号	无机元素 或氧化物	样品	标称值及 不确定度	测定 平均值	相对误差 /%	相对误差 最终值/%
18	Fe ₂ O ₃	GSB 07-3272-2015（污染土壤）	6.75±0.10	6.71	-3.9~2.4	-0.67±4.6
		GSB 07-3273-2015（烟尘）	4.39±0.71	4.40	-4.1~6.6	0.50±7.3
		GSD-16（沉积物）	1.79±0.05	1.84	-1.4~6.1	2.3±5.6
		GFe-8（铁矿石）	92.1±0.11	94.5	-0.1~7.9	2.4±6.5
19	K ₂ O	GSD-16（沉积物）	2.96±0.05	2.96	-2.9~1.2	0±3
		GFe-8（铁矿石）	0.046±0.004	0.05	-15~17	5.1±34
20	Na ₂ O	GSD-16（沉积物）	2.85±0.04	3.24	-2.9~30	14±27
21	CaO	GSD-16（沉积物）	2.85±0.08	2.74	-11~2.6	-3.8±9.2
		GFe-8（铁矿石）	0.24±0.03	0.26	-7.4~22	9.5±23
22	MgO	GSD-16（沉积物）	0.71±0.04	0.73	-1.9~4.7	2.7±7.8
		GFe-8（铁矿石）	0.30±0.04	0.30	-4.4~7.8	2.0±10
注：无机元素质量分数的单位为mg/kg，氧化物质量分数的单位为%。						

表 F.4 方法正确度汇总表（粉末压片法）

序号	无机元素 或氧化物	样品	标称值及 不确定度	测定 平均值	相对误差 /%	相对误差 最终值/%
1	As	GSB 07-3272-2015（污染土壤）	297±11	293	-9.5~5.2	-1.5±11
		GSS-7（土壤）	4.8±1.3	4	-19~-1.4	-11±17
2	Ba	GSB 07-3272-2015（污染土壤）	326±11	348	2.2~13	6.8±9.0
		GSS-7（土壤）	180±27	169	-8.1~-3.0	-6.2±4.8
3	Cl	GSS-7（土壤）	100±6	101	-0.1~3.6	1.3±4.1
4	Co	GSB 07-3272-2015（污染土壤）	11.2±0.7	12	-14~20	6.9±27
		GSS-7（土壤）	97±6	98	-14~8.9	0.77±16
		GSB 07-3273-2015（烟尘）	27.6±1.1	29	-13~20	5.3±31
5	Cr	GSB 07-3272-2015（污染土壤）	63.6±4.1	66	-12~15	3.6±19
		GSB 07-3273-2015（烟尘）	67.9±4.5	66	-6.8~3.7	-2.8±9.4
		GSS-7（土壤）	410±23	408	-5.5~5.1	-0.40±7.6
6	Cu	GSB 07-3273-2015（烟尘）	71.8±1.5	63	-13~8.5	-2.8±18
		GSS-7（土壤）	97±6	104	-0.3~11	6.9±8.3
		GSB 07-3272-2015（污染土壤）	65.1±1.8	68	-16~6.6	-5.3±18
7	Mn	GSB 07-3272-2015（污染土壤）	2460±70	2.50×10 ³	-4.9~6.1	1.6±7.5
		GSB 07-3273-2015（烟尘）	584±14	582	-8.7~6.0	-0.36±14
		GSS-7（土壤）	1780±113	1.80×10 ³	-3.5~9.6	1.2±9.7
8	Ni	GSS-7（土壤）	276±15	280	-1.9~6.6	1.4±6.5
		GSB 07-3272-2015（污染土壤）	29.7±1.3	28	-17~1.6	-6.1±16
		GSB 07-3273-2015（烟尘）	42.4±1.7	42	-16~8.5	0.16±20
9	P	GSS-7（土壤）	1150±39	1.13×10 ³	-11~5.4	-1.8±11
10	Pb	GSB 07-3272-2015（污染土壤）	975±39	927	-11~4.7	-4.9±14
		GSB 07-3273-2015（烟尘）	126±6	125	-14~8.3	-0.4±19
		GSS-7（土壤）	14±3	14	-0.8~8.1	2.9±7.7
11	S	GSS-7（土壤）	250±36	275	-2.7~20	10±18
12	Sr	GSS-7（土壤）	26±4	29	-2.1~20	11±16
13	Ti	GSB 07-3272-2015（污染土壤）	3970±130	4.19×10 ³	-0.1~10	5.6±6.8
		GSS-7（土壤）	20200±500	2.04×10 ⁴	-4.8~4.9	1.1±7.2
14	V	GSB 07-3272-2015（污染土壤）	89.3±3.3	91	-8.4~11	3.8±14
		GSB 07-3273-2015（烟尘）	142±4	131	-16~0.1	-7.6±14
		GSS-7（土壤）	245±21	248	-4.2~8.4	1.1±9.3
15	Zn	GSB 07-3272-2015（污染土壤）	523±16	503	-12~4.1	-3.8±13
		GSB 07-3273-2015（烟尘）	141±5	141	-9.9~9.6	0±18
		GSS-7（土壤）	142±11	152	2.6~11	6.8±5.8
16	Zr	GSS-7（土壤）	318±37	337	2.0~12	6.1±6.9
17	SiO ₂	GSS-7（土壤）	32.69±0.18	36.0	-2.5~18	10±16
18	Al ₂ O ₃	GSB 07-3272-2015（污染土壤）	13.6±0.34	13.9	-3.6~9.4	2.5±9.8
		GSB 07-3273-2015（烟尘）	31.5±7.5	31.5	-6.8~5.7	-0.23±11
		GSS-7（土壤）	29.26±0.34	27.8	-14~-0.2	-5.1±9.8

续表

序号	无机元素 或氧化物	样品	标称值及 不确定度	测定 平均值	相对误差 /%	相对误差 最终值/%
19	Fe ₂ O ₃	GSB 07-3272-2015（污染土壤）	6.75±0.10	6.84	-1.4~3.1	1.1±3.2
		GSB 07-3273-2015（烟尘）	4.39±0.71	4.54	-7.8~13	3.5±16
		GSS-7（土壤）	18.76±0.33	18.9	-4.8~6.7	0.72±9.1
20	K ₂ O	GSS-7（土壤）	0.20±0.02	0.20	-20~10	-0.25±27
21	Na ₂ O	GSS-7（土壤）	0.08±0.02	0.09	-5.0~50	16±48
22	CaO	GSS-7（土壤）	0.16±0.02	0.20	-4.3~45	27±35
23	MgO	GFe-8（铁矿石）	0.30±0.04	0.26	-7.8~7.2	0.18±12
注：无机元素质量分数的单位为mg/kg，氧化物质量分数的单位为%。						

