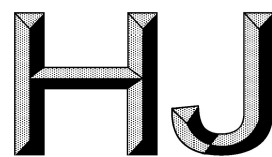


附件 2



中华人民共和国国家环境保护标准

HJ □□□-20□□

土壤和沉积物 22 种无机元素的测定

酸溶/电感耦合等离子发射光谱法

Soil and Sediment—Determination of 22 inorganic elements—

Dissolution with acids and inductively coupled plasma optical emission

spectroscopy

(征求意见稿)

201□-□□-□□发布

201□-□□-□□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 干扰及消除.....	2
5 试剂和材料.....	2
6 仪器和设备.....	5
7 样品.....	5
8 分析步骤.....	6
9 结果计算与表示.....	7
10 精密度和准确度.....	7
11 质量保证和控制.....	8
12 废物处理.....	8
附录 A（规范性附录）方法检出限和测定下限.....	9
附录 B（资料性附录）元素测定波长及元素间干扰.....	10
附录 C（资料性附录）方法的精密度和准确度.....	13

# 前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》，保护与控制土壤环境质量，保障人体健康，规范土壤沉积物中无机元素的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定土壤和沉积物中 22 种无机元素的酸溶/电感耦合等离子发射光谱法。

本标准的附录 A 为规范性附录，附录 B 和附录 C 为资料性附录。

本标准为首次发布。

本标准由环境监测司和科技标准司组织制订。

本标准主要起草单位：江苏省环境监测中心。

本标准验证单位：中国地质调查局南京地调中心（南京地质矿产研究所）、江苏省理化测试中心、国土资源部华东矿产资源监督检测中心、苏州市环境监测中心、淮安市环境监测站和江苏省环境监测中心。

本标准生态环境部20□□年□□月□□日批准。

本标准自20□□年□□月□□日起实施。

本标准由生态环境部解释。

# 土壤和沉积物 22 种无机元素的测定

## 酸溶/电感耦合等离子发射光谱法

警告：实验中使用的硝酸、高氯酸、过氧化氢具有强氧化性和强腐蚀性，盐酸、氢氟酸具有强挥发性和强腐蚀性，操作时应按要求佩戴防护器具，试剂配制及样品预处理应在通风橱内进行，避免吸入呼吸道和直接接触皮肤、衣物。

### 1 适用范围

本标准规定了测定土壤和沉积物中 22 种无机元素的酸溶/电感耦合等离子发射光谱法（ICP-OES）。

本标准适用于土壤和沉积物中 22 种无机元素的测定。包括铝（Al）、钡（Ba）、铍（Be）、钙（Ca）、钴（Co）、铬（Cr）、铜（Cu）、铁（Fe）、钾（K）、镧（La）、锂（Li）、镁（Mg）、锰（Mn）、钼（Mo）、钠（Na）、镍（Ni）、磷（P）、铅（Pb）、锶（Sr）、钛（Ti）、钒（V）、锌（Zn）。

当取样量为 0.125 g，消解后定容体积为 25 ml 时，22 种无机元素采用酸溶-电热板法的方法检出限为 0.03 mg/kg~435 mg/kg，测定下限为 0.12 mg/kg~ $1.74 \times 10^3$  mg/kg；采用微波酸溶法的方法检出限为 0.04 mg/kg~389 mg/kg，测定下限为 0.16 mg/kg~ $1.56 \times 10^3$  mg/kg。详见附录 A。

### 2 规范性引用文件

本标准内容引用了下列文件或其中的条款。凡是不注明日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

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

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

HJ 494 水质 采样技术指导

HJ/T 91 地表水和污水监测技术规范

HJ/T 166 土壤环境监测技术规范

### 3 方法原理

采用盐酸-硝酸-氢氟酸-高氯酸消解体系，常压消解；或采用硝酸-氢氟酸-过氧化氢-高氯酸消解体系，微波消解。经消解的土壤样品溶液注入电感耦合等离子体原子发射光谱仪后，待测元素在等离子炬中被气化、电离、激发辐射出特征谱线，在一定浓度范围内，其特征谱线的强度与元素的浓度成正比。

## 4 干扰及消除

### 4.1 光谱干扰

光谱干扰主要包括了连续背景和谱线重叠干扰。目前常用的校正方法是背景扣除法（根据单元素和混合元素试验确定扣除背景的位置及方式）和干扰系数法。也可以在混合标准溶液中采用基体匹配的方法消除其影响。

当存在单元素干扰时，可按公式(1)求得干扰系数。

$$K_i = \frac{(Q' - Q)}{Q_i} \quad (1)$$

式中： $K_i$ ——干扰系数；

$Q'$ ——干扰元素加待测元素的实测含量；

$Q$ ——待测元素的含量；

$Q_i$ ——干扰元素的含量。

通过配制一系列已知干扰元素含量的溶液在待测元素波长的位置测定其 $Q'$ ，根据上述公式求出 $K_i$ ，然后进行人工扣除或计算机自动扣除。

常见待测元素测定波长光谱干扰及校正系数参见附录 B。注意不同仪器测定的干扰系数会有区别。

### 4.2 非光谱干扰

非光谱干扰主要包括物理干扰及去溶剂干扰等，在实际分析过程中各类干扰很难截然分开。是否予以补偿和校正，与样品中干扰元素的浓度有关。此外，物理干扰一般由样品的粘滞程度及表面张力变化而导致雾化效率变化，尤其是当样品中含有大量可溶盐或样品酸度过高，都会对测定产生干扰。消除此类干扰的最简单方法是将样品稀释。但应保证待测元素的含量高于测定下限。

待测元素测定波长光谱干扰见附录 B。

## 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，所有盐类均于 105℃干燥 1 h。实验用水应符合 GB/T 6682 一级水的相关要求。

5.1 硝酸： $\rho(\text{HNO}_3) = 1.42 \text{ g/ml}$ 。

5.2 盐酸： $\rho(\text{HCl}) = 1.19 \text{ g/ml}$ 。

5.3 氢氟酸： $\rho(\text{HF}) = 1.15 \text{ g/ml}$ 。

5.4 高氯酸： $\rho(\text{HClO}_4) = 1.68 \text{ g/ml}$ 。

5.5 过氧化氢： $\rho(\text{H}_2\text{O}_2) = 1.13 \text{ g/mL}$ 。

5.6 硝酸溶液：1+1。

5.7 硝酸溶液：1+99。

5.8 盐酸溶液：1+1。

5.9 盐酸溶液：1+95。

5.10 标准溶液

5.10.1 单元素标准贮备液：钡（Ba）、铍（Be）、钴（Co）、铬（Cr）、铜（Cu）、锂（Li）、锰（Mn）、钼（Mo）、镍（Ni）、磷（P）、铅（Pb）、锶（Sr）、钛（Ti）、钒（V）、锌（Zn），浓度为 1000 mg/L 或 500 mg/L；铝（Al）、铁（Fe）、钾（K）、钠（Na）、钙（Ca）、镁（Mg）浓度为 10000 mg/L 或 5000 mg/L。也可使用市售标准有证样品，或使用光谱纯、基准试剂或至少优级纯以上的金属或盐类自配。

5.10.1.1 铝标准贮备液： $\rho(\text{Al}) = 10000 \text{ mg/L}$ 。

称取 1.0 g(精确至 0.1mg) 金属铝，用 150 ml 盐酸溶液（5.8）加热溶解，煮沸，冷却后，用实验用水定容至 100 ml。

5.10.1.2 钡标准贮备液： $\rho(\text{Ba}) = 1000 \text{ mg/L}$ 。

称取 1.5163 g 无水氯化钡（ $\text{BaCl}_2$ ）（250 °C 烘 2 h），用实验用水溶解并定容至 1 L。

5.10.1.3 铍标准贮备液： $\rho(\text{Be}) = 100 \text{ mg/L}$ 。

称取 1.0 g（精确至 0.1 mg）金属铍，用 150 ml 盐酸溶液（5.8）加热溶解，冷却后用实验用水定容至 1 L。

5.10.1.4 钙标准贮备液： $\rho(\text{Ca}) = 5000 \text{ mg/L}$ 。

准确称取 2.4972 g 碳酸钙（ $\text{CaCO}_3$ ）（110 °C 干燥 1 h），溶解于 20 ml 实验用水中，滴加盐酸（5.2）至完全溶解，再加 10 ml 盐酸（5.2），煮沸除去  $\text{CO}_2$ ，冷却后，用实验用水定容至 500 ml。

5.10.1.5 钴标准贮备液： $\rho(\text{Co}) = 1000 \text{ mg/L}$ 。

称取 1.0 g（精确至 0.1 mg）金属钴，用 50 ml 硝酸溶液（5.6）加热溶解，冷却，用实验用水定容至 1 L。

5.10.1.6 铬： $\rho(\text{Cr}) = 1000 \text{ mg/L}$ 。

称取 1.0 g（精确至 0.1 mg）金属铬，加热溶解于 30 ml 盐酸溶液（5.8）中，冷却，用实验用水定容至 1 L。

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

称取 1.0 g（精确至 0.1 mg）金属铜，加热溶解于 30 ml 硝酸溶液（5.6）中，冷却，用实验用水定容至 1 L。

5.10.1.8 铁标准贮备液： $\rho(\text{Fe}) = 10000 \text{ mg/L}$ 。

称取 1.0 g（精确至 0.1 mg）金属铁，用 150 ml 盐酸溶液（5.8）溶解，冷却，用实验用水定容至 100 ml。

5.10.1.9 钾标准贮备液： $\rho(\text{K}) = 5000 \text{ mg/L}$ 。

准确称取 1.9067 g 氯化钾（ $\text{KCl}$ ）（在 400~450 °C 灼烧到无爆裂声），用实验用水溶解并定容至 500 ml。

5.10.1.10 镧标准贮备液： $\rho(\text{La}) = 1000 \text{ mg/L}$ 。

准确称取 1.0768 g 三氧化二镧（ $\text{La}_2\text{O}_3$ ）于烧杯中，加 30 ml 实验用水，缓慢加入 25 ml 盐酸（5.2）至完全溶解，用盐酸溶液（5.9）定容至 1 L。

5.10.1.11 锂标准贮备液： $\rho(\text{Li}) = 1000 \text{ mg/L}$ 。

准确称取 5.3240 g 碳酸锂（ $\text{Li}_2\text{CO}_3$ ），滴加少量盐酸溶液（5.8）至完全溶解，用实验用水定容至 1 L。

5.10.1.12 镁标准贮备液： $\rho(\text{Mg}) = 5000 \text{ mg/L}$ 。

称取 1.0 g (精确至 0.1 mg) 金属镁, 加入 30 ml 实验用水, 缓慢加入 30 ml 盐酸 (5.2), 待完全溶解后, 煮沸, 冷却后, 用实验用水定容至 500 ml。

5.10.1.13 锰标准贮备液:  $\rho(\text{Mn}) = 1000 \text{ mg/L}$ 。

称取 1.0 g (精确至 0.1 mg) 金属锰, 用 30 ml 盐酸溶液 (5.8) 加热溶解, 冷却, 用实验用水定容至 1 L。

5.10.1.14 钼标准贮备液:  $\rho(\text{Mo}) = 1000 \text{ mg/L}$ 。

准确称取 1.8403 g 钼酸铵  $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ , 以少量实验用水溶解, 再用实验用水定容至 1 L。

5.10.1.15 钠标准贮备液:  $\rho(\text{Na}) = 5000 \text{ mg/L}$ 。

准确称取 2.5421 g 氯化钠 ( $\text{NaCl}$ ) (在 400 °C ~ 450 °C 灼烧到无爆裂声), 用实验用水溶解并定容至 500 ml。

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

称取 1.0 g (精确至 0.1 mg) 金属镍, 用 30 ml 硝酸溶液 (5.6) 加热溶解, 冷却, 用实验用水定容至 1 L。

5.10.1.17 磷标准贮备液:  $\rho(\text{P}) = 1000 \text{ mg/L}$ 。

准确称取 4.2635 g 磷酸氢二胺  $[(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4]$ , 用实验用水溶解并定容至 1 L。

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

称取 1.0 g (精确至 0.1 mg) 金属铅, 用 30 ml 硝酸溶液 (5.6) 加热溶解, 冷却, 用实验用水定容至 1 L。

5.10.1.19 锶标准贮备液:  $\rho(\text{Sr}) = 1000 \text{ mg/L}$ 。

准确称取 1.6848 g 碳酸锶 ( $\text{SrCO}_3$ ), 用 60 ml 盐酸溶液 (5.8) 溶解并煮沸, 冷却, 用实验用水定容至 1 L。

5.10.1.20 钛标准贮备液:  $\rho(\text{Ti}) = 1000 \text{ mg/L}$ 。

称取 1.0 g (精确至 0.1 mg) 金属钛, 用 100 ml 盐酸溶液 (5.8) 加热溶解, 冷却, 用盐酸溶液 (5.8) 定容至 1 L。

5.10.1.21 钒标准贮备液:  $\rho(\text{V}) = 1000 \text{ mg/L}$ 。

称取 1.0 g (精确至 0.1 mg) 金属钒, 用 30 ml 水加热溶解, 浓缩至近干, 加入 20 ml 盐酸 (5.2) 冷却后用实验用水定容至 1 L。或准确称取 2.2957 g 偏钒酸铵 ( $\text{NH}_4\text{VO}_3$ ), 将其溶于少量硝酸(5.1)中, 加热至金属完全溶解, 加入 10.0 ml 硝酸(5.1), 用水定容至 1L。

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

称取 1.0 g (精确至 0.1 mg) 金属锌, 用 40 ml 盐酸 (5.2) 溶解, 煮沸, 冷却, 用实验用水定容至 1 L。

注: 以实际称量值换算标准贮备液浓度。

5.10.2 单元素标准使用液。

分取上述单元素标准贮备液用实验用水稀释配制。稀释时补加一定量的酸, 与样品酸度一致。

5.10.3 多元素混合标准溶液。

根据元素间相互干扰的情况与标准溶液的性质分组制备, 浓度根据分析样品及待测项目而定, 标准溶液的酸度尽量保持与待测样品溶液的酸度一致。多元素混合标准溶液分组情况见表 1。

表 1 多元素混合标准溶液分组情况表

分组	元素
1	Mo
2	P
3	V、Ti
4	Al、Ba、Be、Ca、Co、Cr、Cu、Fe、La、Li、K、Mg、Mn、Na、Ni、Pb、Sr、Zn

5.11 氩气:钢瓶气,纯度不低于 99.99%。

## 6 仪器和设备

6.1 电感耦合等离子发射光谱仪:具背景校正原子发射光谱计算机控制系统。

6.2 微波消解仪:功率 600 W~1500 W,温度精度±2.5 °C,配备微波消解罐。

6.3 温控电热板:具温控功能(温度稳定±5 °C),可控温度大于 180°C。

6.4 聚四氟乙烯烧杯:50 ml~60 ml。

6.5 筛:非金属筛,孔径为 0.075 mm,200 目。

6.6 分析天平:精度 0.1 mg。

6.7 一般实验室常用仪器设备。

## 7 样品

### 7.1 样品采集和保存

土壤样品按照 HJ/T 166 的相关要求采集和保存;海洋沉积物样品按照 GB 17378.3 的相关要求采集和保存;地表水沉积物样品按照 HJ/T 91 和 HJ 494 的相关要求采集,参照 HJ/T 166 的相关要求保存。

### 7.2 样品的制备

样品的风干(烘干)、破碎和筛分参照 HJ/T 166 及 GB 17378.5 相关部分进行操作,所有样品参照国家有证标准制备方法的规定,均应过 200 目筛。

### 7.3 试样的制备

#### 7.3.1 电热板消解

称取 0.125~0.25 g(精确至 0.1 mg)样品,置于 50 ml 聚四氟乙烯烧杯中,加少量水润湿,加入 10 ml 盐酸(5.2),盖盖,置于低温电热板上加热分解 10 min~30 min 至溶液微黄色,取下稍冷,再加入 5 ml 硝酸(5.1),盖上盖子,加热蒸至小体积。取下稍冷,加入 5~8 ml 氢氟酸(5.3),5~10 滴高氯酸(5.4),加盖,再加热分解约一小时,取下盖子,继续加热至白烟冒尽,取下冷却,用水吹洗杯壁,再加 3~5 滴高氯酸(5.4),蒸至白烟冒尽,样品近干(但不要干涸)。加硝酸溶液(5.7) 10 ml,温热溶解,用硝酸溶液(5.7)定容至 25~50 ml。立即移入干燥洁净的聚乙烯瓶中,保存备用。

注:对于有机质高的样品,应反复加入硝酸-高氯酸消解直至黑色碳化物消失。

#### 7.3.2 微波消解



称取 0.125~0.25 g（精确至 0.1 mg）样品，置于微波消解罐中，加 5 ml 硝酸（5.1），3 ml 氢氟酸（5.3），2 ml 过氧化氢（5.5），加盖密封，于微波消解器中按微波工作条件或参照消解仪说明书微波消解。取出冷至室温，转入聚四氟乙烯烧杯中，用少量水洗涤消解罐数次，并入聚四氟乙烯烧杯，滴 3~5 滴高氯酸（5.4），置电热板上加热至近干，加硝酸溶液（5.7）10 ml，温热溶解，用硝酸溶液（5.7）定容至 25~50 ml。立即移入干燥洁净的聚乙烯瓶中，保存备用。

注：微波消解后若有黑色残渣，应反复加入硝酸-高氯酸消解直至黑色碳化物消失。

微波消解参考条件见表 2。

表 2 微波消解参考条件

步骤	时间 (min)	功率 (W)	温度 (°C)
1	7	250	180
2	7	400	200
3	7	650	220
4	7	250	220

#### 7.4 空白试样

不加样品，按样品消解步骤和条件（7.3.1、7.3.2）进行处理，制备空白溶液。

### 8 分析步骤

#### 8.1 仪器参考测试条件

不同型号的仪器最佳测试条件不同，可根据仪器使用说明书进行选择。表 3 为推荐仪器参考分析条件。

表 3 仪器参考条件

观察方式	水平、垂直或水平垂直交替使用
发射功率	1150 W
载气流量	0.7 L/min
辅助气流量	1.0 L/min
冷却气流量	12.0 L/min

#### 8.2 校准曲线的建立

取一定量的单元素标准使用液（5.10.2）制备校准曲线，根据多元素混合标准溶液分组配制，在各自浓度范围内，至少配制 5 个浓度点。土壤沉积物测定的校准曲线参考浓度范围见表 4。由低浓度到高浓度依次进样，按照仪器参考测试条件（8.1）测量发射强度。以发射强度值为纵坐标，待测元素系列质量浓度为横坐标，建立待测元素的校准曲线。

表 4 土壤沉积物测定的标准溶液浓度范围

元素	浓度范围 (mg/L)
Be、Mo	0.00~0.50
Co、Cr、Cu、La、Li、Ni、Pb、Sr、Zn、V	0.00~1.00

Ba、P、Mn	0.00~10.00
Ti	0.00~40.00
Fe、Ca、Mg、Na、K	0.00~300
Al	0.00~500

注：元素分组可根据所使用仪器也可根据有证标准物质分组情况而定，元素浓度范围根据所使用仪器适当调整。

### 8.3 测定

#### 8.3.1 样品测定

在与建立校准曲线相同的条件下，测定试样（7.3.1、7.3.2）的发射强度。由发射强度值在校准曲线上查得待测元素含量。样品测量过程中，若样品中待测元素浓度超出校准曲线范围，样品需稀释后重新测定。

#### 8.3.2 空白试样的测定

按照与试样测定（8.3.1）的相同条件测定空白试样（7.4）。

## 9 结果计算与表示

### 9.1 结果计算

土壤或沉积物样品中待测元素的质量分数（mg/kg）按公式（2）计算：

$$\omega = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V}{m \times (1 - f)} \quad (2)$$

式中： $\omega$ ——土壤或沉积物样品中无机元素的质量分数，mg/kg；

$\rho_1$ ——由校准曲线计算试样中元素的质量浓度，mg/L；

$\rho_0$ ——由校准曲线计算空白试样中元素的质量浓度，mg/L；

$V$ ——消解后试样定容体积，ml；

$m$ ——消解试样的称取量，g；

$f$ ——含水率，%。

### 9.2 结果表示

测定结果保留三位有效数字，当小于 10.0 mg/kg 时，小数点后保留两位。有证标准物质测定结果保留位数参照标准值结果。

## 10 精密度和准确度

### 10.1 精密度

六家实验室分别对国家有证标准样品（土壤、水系沉积物）和实际样品（土壤及底泥）（见附录 C）进行了分析测定，酸溶-电热板法的实验室内相对偏差为 0.06%~13%，实验室间相对偏差为 0.18%~11%，重复性限为 0.01 mg/kg~2.5×10<sup>3</sup> mg/kg，再现性限为 0.02 mg/kg~8.0×10<sup>3</sup> mg/kg。

微波酸溶的实验室内相对偏差为 0.11%~24%，实验室间相对偏差为 0.30%~12%，重复性限为 0.04 mg/kg~ $3.6\times 10^3$  mg/kg，再现性限为 0.05 mg/kg~ $3.6\times 10^3$  mg/kg。

## 10.2 准确度

六家实验室分别对国家有证标准样品（土壤、水系沉积物）和实际样品（土壤及底泥）（见附录 C）进行了分析测定，酸溶-电热板法的相对误差为-20%~14%，相对误差最终值为-23%~24%；微波酸溶法的相对误差为-20%~20%，相对误差最终值为-22%~35%。

## 11 质量保证和控制

### 11.1 空白试验

每批样品须至少测定2个空白试样，空白值应低于方法测定下限。否则应检查实验用水质量、试剂纯度、器皿洁净程度及仪器性能等。

### 11.2 校准有效性检查

每批样品分析均须绘制校准曲线，校准曲线的相关系数 $r \geq 0.995$ 。

每分析 10 个样品需用一个校准曲线的中间浓度校准溶液进行校准核查，其测定结果与最近一次校准曲线该点浓度的相对偏差应 $\leq 10\%$ ，否则应重新绘制校准曲线。

### 11.3 精密度控制

每批样品应至少测定 10%的平行双样，样品数量少于 10 个时，应至少测定一个平行双样，两次平行测定结果的相对偏差应 $\leq 30\%$ 。

### 11.4 准确度控制

每批样品至少分析一个有证标准物质质控样，有证标准物质测定结果其相对误差应控制在 75%~120%。

## 12 废物处理

实验过程中产生的废液和废物应分类收集和保管，并送具有资质的单位统一处置。

附录 A  
(规范性附录)

方法检出限和测定下限

表 A.1 给出了本标准测定 22 种无机元素的方法检出限及测定下限。

表 A.1 测定元素方法检出限和测定下限

前处理方法 元素或组分	电热板		微波消解	
	检出限	测定下限	检出限	测定下限
铝 (Al)	435	$1.74 \times 10^3$	389	$1.56 \times 10^3$
钡 (Ba)	0.2	0.8	0.3	1.2
铍 (Be)	0.05	0.2	0.06	0.24
钙 (Ca)	40	160	40	160
钴 (Co)	0.3	1.2	0.2	0.8
铬 (Cr)	0.2	0.8	0.5	2.0
铜 (Cu)	0.04	0.16	0.1	0.4
铁 (Fe)	386	$1.54 \times 10^3$	283	$1.13 \times 10^3$
钾 (K)	96	384	13	52
镧 (La)	0.2	0.8	0.3	1.2
锂 (Li)	0.09	0.36	0.07	0.28
镁 (Mg)	51	204	23	92
锰 (Mn)	0.3	1.2	0.3	1.2
钼 (Mo)	0.2	0.8	0.06	0.24
钠 (Na)	31	124	32	128
镍 (Ni)	0.04	0.16	0.04	0.16
磷 (P)	0.1	0.4	0.09	0.36
铅 (Pb)	0.08	0.32	0.05	0.2
锶 (Sr)	0.04	0.16	0.04	0.16
钛 (Ti)	0.3	1.2	0.2	0.8
钒 (V)	0.03	0.12	0.04	0.16
锌 (Zn)	0.04	0.16	0.5	2.0

注:单位为 mg/kg。

附录 B  
(资料性附录)

元素测定波长及元素间干扰

根据仪器说明书及样品基体情况选择待测元素的检测波长。表 B.1 列出测定波长、观测方式及扣背景方式，表 B.2 列出等离子发射光谱法 (ICP-OES) 测定中常选择的测定波长及其该波长下的谱线干扰，表 B.3 元素间干扰系数。

表 B.1 测定波长、观测方式及扣背景方式

测定元素	测定谱线 (nm)	观测方式	扣背景方式	测定元素	测定谱线 (nm)	观测方式	扣背景方式
钡	455.403	A	双	铅	220.353	A	双
铍	313.042	A	/	铈	215.284	A	单
钴	230.786	A	双	钛	334.941 337.208	R R	单 /
铬	283.563	A	双	钒	310.230	A	/
铜	324.7	A	单	锌	213.856	A	双
镧	408.672	A	双	铝	308.215	R	双
锂	670.784	R	双	铁	239.924 259.940	R R	双 双
锰	257.610	R	双	钾	766.491	R	双
钼	202.030	A	双	钠	589.592	R	双
镍	231.604	A	双	钙	184.006 317.935	R R	双 双
磷	213.618	A	双	镁	285.213	R	单

注：R 为垂直方式，A 为水平方式。

表 B.2 元素测定波长及元素间干扰

测定元素	测定波长 (nm)	干扰元素	测定元素	测定波长 (nm)	干扰元素
钡	455.403 493.409	铁 钪	铅	220.353	铁、铝、钛、钴、铈、铜、镍、铋
铍	313.042 234.861	钛、钒、硒、铈 铁、钛、钼	锶	215.284 407.771	铁、磷 铁、镧
钴	228.616 230.786	钛、钡、镉、镍、铬、钼、铈 铁、镍	钛	334.904 334.941 337.280	镍、钼 铬、钙 锆、钪
铬	205.552 267.716 283.563 357.869	铍、钼、镍 锰、钒、镁 铁、钼 铁	钒	309.311 310.230	铝、镁、锰 铝、钛、钾、钙、镍
铜	324.754	铁、铝、钛、钼	锌	202.548 206.200 213.856	钴、镁 镍、镧、铋 铜、铁、钛、镍、
镧	394.910		铝	308.215 309.271	钠、锰、钒、钼、铈 钠、镁、钒
锂	670.784	钒	铁	239.924 240.488 259.940 261.762	铬、钨 钼、钴、镍 钼、钨 镁、钙、锰
锰	257.610	铁、镁、铝	钾	766.491	铜、铁、钨、镧
钼	202.030	铝、铁、钛	钠	588.995 589.592	钴 铅、钼
镍	231.604	铁、钴、铈	钙	315.887 317.933 393.366	钴、钼、铈 铁、钠、硼、铀 钒、锶、铜
磷	178.287 213.618 214.914	钠 铁、铜 铜、钼、钨	镁	279.079 279.553 285.213 293.674	铈、铁、钛、锰 锰 铁 铁、铬

表 B.3 部分元素间干扰校正系数

测定元素 及波长 (nm)	干扰元素及干扰系数	测定元素 及波长 (nm)	干扰元素及干扰系数
铍 313.042	钒 0.000054、钛 0.000062	镍 231.604	铁-0.000058
钴 230.786	铁-0.000034	磷 213.618	铁-0.001562
铬 283.563	铁 0.001234	铅 220.353	铁0.000041、铝-0.000193 钛 0.000043
铜 324.754	铁-0.000039、铝 0.000575	钒 310.230	铝 0.000095、钛 0.000696
钼 202.030	铁0.000009、铝0.000031 钛 0.000021	锌 213.856	铜 0.00423

附录 C  
(资料性附录)  
方法的精密度和准确度

六家实验室的精密度和准确度汇总结果见表 C.1~C.2。

表 C.1 方法的精密度和准确度汇总表 (电热板)

元素 或组分	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)	平均值 (mg/kg)	相对误差 (%)	相对误差最终值 (%)
铝 (Al)	5.46×10 <sup>4</sup> ~ 7.25×10 <sup>4</sup>	0.066 ~ 3.5	0.42 ~ 3.9	6.3×10 <sup>2</sup> ~ 2.5×10 <sup>3</sup>	8.6×10 <sup>2</sup> ~ 8.0×10 <sup>3</sup>	10.26 ~ 14.45	-11 ~ 0.25	-12 ~ 2.4
钡 (Ba)	342 ~ 470	0.97 ~ 4.4	1.2 ~ 4.8	16 ~ 34	20 ~ 55	319 ~ 427	-10 ~ 2.6	-13 ~ 5.5
铍 (Be)	1.05 ~ 2.56	0.46 ~ 6.6	1.9 ~ 5.4	0.11 ~ 0.21	0.11 ~ 0.29	1.53 ~ 1.98	-15 ~ -1.4	-19 ~ 0.9
钙 (Ca)	5.80×10 <sup>2</sup> ~ 3.79×10 <sup>4</sup>	0.17 ~ 5.8	0.18 ~ 11	56 ~ 5.3×10 <sup>2</sup>	1.8×10 <sup>2</sup> ~ 6.8	0.06 ~ 5.32	-20 ~ 9.4	-20 ~ 24
钴 (Co)	13.9 ~ 21.1	0.87 ~ 7.9	0.85 ~ 3.4	1.3 ~ 2.0	1.3 ~ 2.6	13.8 ~ 22.4	-7.9 ~ 1.8	-11 ~ 2.3
铬 (Cr)	61.4 ~ 94.6	0.72 ~ 4.6	0.91 ~ 6.0	2.7 ~ 8.6	3.3 ~ 17.8	81.9 ~ 105	-7.0 ~ 7.5	-15 ~ 8.2
铜 (Cu)	22.7 ~ 31.9	0.30 ~ 4.3	2.5 ~ 5.9	1.0 ~ 2.2	2.2 ~ 4.3	27.9 ~ 34.6	-5.0 ~ 8.1	-8.7 ~ 8.3
铁 (Fe)	2.58×10 <sup>4</sup> ~ 4.03×10 <sup>4</sup>	0.11 ~ 1.6	0.90 ~ 5.2	4.5×10 <sup>2</sup> ~ 1.0×10 <sup>3</sup>	1.1×10 <sup>3</sup> ~ 5.9×10 <sup>3</sup>	4.63 ~ 6.28	-11 ~ 1.6	-16 ~ 2.8
钾 (K)	1.31×10 <sup>4</sup> ~ 1.78×10 <sup>4</sup>	0.16 ~ 4.7	0.35 ~ 2.7	1.9×10 <sup>2</sup> ~ 7.4×10 <sup>2</sup>	2.3×10 <sup>2</sup> ~ 1.2×10 <sup>3</sup>	1.61 ~ 1.93	-5.6 ~ 1.9	-6.8 ~ 3.6
镧 (La)	34.1 ~ 41.8	0.90 ~ 12	0.89 ~ 3.6	2.2 ~ 8.6	2.2 ~ 8.9	33.6 ~ 38.9	-5.0 ~ 5.7	-5.4 ~ 6.8
锂 (Li)	29.1 ~ 44.6	0.30 ~ 13	1.6 ~ 4.9	1.3 ~ 6.4	1.9 ~ 6.4	30.5 ~ 47.9	-2.0 ~ 7.5	-7.2 ~ 7.4
镁 (Mg)	3.67×10 <sup>3</sup> ~ 1.41×10 <sup>4</sup>	0.062 ~ 2.6	0.47 ~ 2.5	1.3×10 <sup>2</sup> ~ 5.5×10 <sup>2</sup>	1.5×10 <sup>2</sup> ~ 9.2×10 <sup>2</sup>	0.60 ~ 2.35	-2.6 ~ 0.92	-3.0 ~ 1.4
锰 (Mn)	597 ~ 863	0.30 ~ 1.9	1.4 ~ 2.0	13 ~ 36	29 ~ 54	591 ~ 839	-4.7 ~ 2.5	-6.7 ~ 2.5
钼 (Mo)	0.54 ~ 1.50	0.38 ~ 12	2.2 ~ 6.9	0.04 ~ 0.18	0.05 ~ 0.29	0.45 ~ 1.39	-18 ~ -0.5	-23 ~ 1.3
钠 (Na)	7.98×10 <sup>2</sup> ~ 1.09×10 <sup>4</sup>	0.13 ~ 4.4	0.31 ~ 4.2	73 ~ 5.2×10 <sup>2</sup>	1.1×10 <sup>2</sup> ~ 6.4×10 <sup>2</sup>	0.10 ~ 1.46	0.72 ~ 14	-1.4 ~ 16
镍 (Ni)	26.9 ~ 33.9	0.17 ~ 4.4	0.69 ~ 5.7	0.54 ~ 2.4	0.78 ~ 5.3	30.5 ~ 36.7	-4.6 ~ 8.9	-7.8 ~ 8.9
磷 (P)	323 ~ 758	0.40 ~ 4.7	0.37 ~ 5.1	14 ~ 28	22 ~ 55	299 ~ 655	-7.5 ~ 8.2	-10 ~ 10



元素 或组分	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)	平均值 (mg/kg)	相对误差 (%)	相对误差最终值 (%)
铅 (Pb)	21.4 ~ 31.4	0.21 ~ 5.2	1.9 ~ 3.9	2.0 ~ 2.5	2.1 ~ 3.3	21.0 ~ 32.0	-8.8 ~ -3.8	-10 ~ -2.1
锶 (Sr)	41.9 ~ 162	0.43 ~ 4.4	0.48 ~ 4.8	1.7 ~ 8.5	3.8 ~ 15.8	39.7 ~ 162	-9.3 ~ -1.9	-10 ~ 1.5
钛 (Ti)	4.67×10 <sup>3</sup> ~ 6.40×10 <sup>3</sup>	0.15 ~ 1.6	0.58 ~ 3.7	67 ~ 1.2×10 <sup>2</sup>	1.0×10 <sup>2</sup> ~ 6.7×10 <sup>2</sup>	5194 ~ 6528	-9.9 ~ -0.7	-9.8 ~ 4.6
钒 (V)	84.6 ~ 117	0.55 ~ 5.7	1.2 ~ 4.1	3.1 ~ 8.3	4.8 ~ 10.8	90.0 ~ 123	-7.2 ~ 5.9	-7.8 ~ 6.1
锌 (Zn)	55.0 ~ 91.2	0.26 ~ 5.1	1.2 ~ 2.4	1.8 ~ 5.5	3.5 ~ 5.9	76.3 ~ 92.1	-2.1 ~ 3.1	-4.9 ~ 4.5

注：准确度铝、铁、钾、钠、钙、镁以氧化物计，单位%。

表 C.2 方法的精密度和准确度汇总表 (微波消解)

元素 或组分	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)	平均值 (mg/kg)	相对误差 (%)	相对误差最终 值 (%)
铝 (Al)	5.69×10 <sup>4</sup> ~ 6.97×10 <sup>4</sup>	0.15 ~ 2.9	0.42 ~ 1.7	1.1×10 <sup>3</sup> ~ 3.6×10 <sup>3</sup>	1.3×10 <sup>3</sup> ~ 3.6×10 <sup>3</sup>	12.74 ~ 13.33	-5.1 ~ -0.25	-5.4 ~ 1.2
钡 (Ba)	367 ~ 623	0.11 ~ 3.2	0.43 ~ 1.9	7.8 ~ 23	9.4 ~ 32	509 ~ 629	-2.5 ~ 1.7	-2.4 ~ 4.0
铍 (Be)	1.56 ~ 2.34	0.97 ~ 8.2	0.91 ~ 5.0	0.17 ~ 0.28	0.18 ~ 0.35	1.81 ~ 2.38	-18 ~ -6.8	-21 ~ -6.4
钙 (Ca)	1.05×10 <sup>4</sup> ~ 3.54×10 <sup>4</sup>	0.13 ~ 2.1	0.66 ~ 2.8	4.5×10 <sup>2</sup> ~ 7.3×10 <sup>2</sup>	8.0×10 <sup>2</sup> ~ 1.3×10 <sup>3</sup>	3.44 ~ 5.00	-1.9 ~ 2.7	-3.6 ~ 2.8
钴 (Co)	12.7 ~ 17.0	1.3 ~ 9.3	0.75 ~ 7.2	0.93 ~ 2.2	0.93 ~ 3.2	13.2 ~ 15.1	-9.5 ~ 1.8	-12 ~ 5.0
铬 (Cr)	57.6 ~ 80.9	0.62 ~ 6.2	1.0 ~ 2.2	2.7 ~ 9.2	3.2 ~ 9.3	56.3 ~ 72.5	-5.6 ~ 3.0	-6.4 ~ 4.3
铜 (Cu)	20.9 ~ 36.0	0.89 ~ 8.1	1.4 ~ 2.4	1.3 ~ 3.7	1.8 ~ 3.7	19.9 ~ 23.4	-10 ~ 1.2	-12 ~ 4.3
铁 (Fe)	2.47×10 <sup>4</sup> ~ 3.32×10 <sup>4</sup>	0.28 ~ 2.4	0.85 ~ 3.2	5.2×10 <sup>2</sup> ~ 1.2×10 <sup>3</sup>	9.2×10 <sup>2</sup> ~ 2.7×10 <sup>3</sup>	3.72 ~ 4.55	-10 ~ -1.8	-12 ~ 1.5
钾 (K)	1.30×10 <sup>4</sup> ~ 2.12×10 <sup>4</sup>	0.13 ~ 3.3	0.68 ~ 3.2	3.7×10 <sup>2</sup> ~ 9.8×10 <sup>2</sup>	4.7×10 <sup>2</sup> ~ 2.1×10 <sup>3</sup>	1.92 ~ 2.66	-7.7 ~ 1.7	-8.2 ~ 4.4
镧 (La)	26.4 ~ 36.8	0.68 ~ 11	1.1 ~ 4.6	1.6 ~ 5.9	1.7 ~ 7.0	33.8 ~ 38.2	-5.2 ~ 4.7	-12 ~ 7.0
锂 (Li)	27.3 ~ 36.2	0.67 ~ 13	0.95 ~ 8.2	0.77 ~ 8.4	1.7 ~ 11	28.5 ~ 41.1	-15 ~ 8.2	-20 ~ 12
镁 (Mg)	7.02×10 <sup>3</sup> ~ 9.11×10 <sup>3</sup>	0.11 ~ 3.3	1.0 ~ 4.6	2.7×10 <sup>2</sup> ~ 4.4×10 <sup>2</sup>	4.5×10 <sup>2</sup> ~ 9.7×10 <sup>2</sup>	1.28 ~ 1.55	-3.0 ~ 2.1	-4.0 ~ 2.7
锰 (Mn)	497 ~ 1.08×10 <sup>3</sup>	0.25 ~ 5.3	0.30 ~ 2.4	6.7 ~ 46	9.2 ~ 56	494 ~ 1087	-5.0 ~ -0.9	-5.3 ~ -0.7
钼 (Mo)	0.45 ~ 1.36	0.80 ~ 24	3.3 ~ 12	0.04 ~ 0.22	0.05 ~ 0.25	0.35 ~ 0.48	-20 ~ 20	-22 ~ 35
钠 (Na)	7.97×10 <sup>3</sup> ~ 1.60×10 <sup>4</sup>	0.33 ~ 3.7	1.40 ~ 3.3	3.5×10 <sup>2</sup> ~ 5.5×10 <sup>2</sup>	5.0×10 <sup>2</sup> ~ 9.2×10 <sup>2</sup>	1.28 ~ 2.21	-0.4 ~ 4.4	-1.2 ~ 4.9
镍 (Ni)	29.1 ~ 38.2	0.90 ~ 3.4	1.5 ~ 5.8	1.2 ~ 2.4	2.0 ~ 5.1	27.5 ~ 32.5	-7.0 ~ 8.2	-13 ~ 9.9
磷 (P)	403 ~ 794	0.43 ~ 1.8	1.3 ~ 4.2	9.0 ~ 30	29 ~ 53	378 ~ 653	-7.8 ~ 3.5	-9.9 ~ 6.5
铅 (Pb)	21.0 ~ 32.2	0.62 ~ 3.5	1.5 ~ 3.4	1.1 ~ 2.2	1.5 ~ 2.6	19.9 ~ 23.7	-16 ~ -5.4	-16 ~ -2.9
锶 (Sr)	153 ~ 228	0.30 ~ 7.1	1.8 ~ 6.9	5.4 ~ 24	9.5 ~ 43	159 ~ 232	-7.4 ~ 3.3	-7.6 ~ 6.8
钛 (Ti)	3.02×10 <sup>3</sup> ~ 4.15×10 <sup>3</sup>	0.26 ~ 4.3	1.4 ~ 3.1	1.2×10 <sup>2</sup> ~ 1.8×10 <sup>2</sup>	1.9×10 <sup>2</sup> ~ 3.1×10 <sup>2</sup>	3904 ~ 4249	-8.4 ~ -1.6	-8.8 ~ 0.8

元素 或组分	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)	平均值 (mg/kg)	相对误差 (%)	相对误差最终 值 (%)
钒 (V)	77.9 ~ 88.0	0.42 ~ 6.3	0.92 ~ 6.1	4.0 ~ 6.8	4.8 ~ 16	76.6 ~ 92.3	-15 ~ 2.6	-15 ~ 8.4
锌 (Zn)	55.5 ~ 99.4	0.42 ~ 7.0	2.2 ~ 4.7	2.6 ~ 12	4.6 ~ 17	53.9 ~ 64.5	-2.4 ~ 5.8	-3.9 ~ 7.3

注：准确度铝、铁、钾、钠、钙、镁以氧化物计，单位%。