

附件 4

HJ

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ □□□-20□□

固体废物 无机元素的测定
波长色散 X 射线荧光光谱法

**Solid waste- Determination of inorganic elements - Wavelength
dispersive X-ray fluorescence spectrometry**

(征求意见稿)

202□-□□-□□发布

202□-□□-□□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 | 3 |
| 8 分析步骤 | 3 |
| 9 结果计算与表示 | 4 |
| 10 精密度和准确度 | 4 |
| 11 质量保证和质量控制..... | 5 |
| 12 注意事项 | 6 |
| 附录 A（规范性附录）方法检出限和测定下限 | 7 |
| 附录 B（资料性附录）基体效应校正、谱线重叠干扰情况 | 8 |
| 附录 C（资料性附录）分析仪器参考条件 | 9 |
| 附录 D（资料性附录）校准曲线范围..... | 14 |
| 附录 E（资料性附录）方法精密度和准确度 | 15 |

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国固体废物污染环境防治法》，保护生态环境，保障人体健康，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、常德市环境监测站、中国科学院南京地理与湖泊研究所、岛津企业管理(中国)有限公司。

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。

固体废物 无机元素的测定 波长色散X射线荧光光谱法

1 适用范围

本标准规定了测定污泥、污染土壤、粉煤灰、尾矿废石和冶炼炉渣等固体废物中 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。

本标准适用于污泥、污染土壤、粉煤灰、尾矿废石和冶炼炉渣等固体废物中 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)。

本标准可采用熔融玻璃片法或粉末压片法进行固体废物试样制备，其中熔融玻璃片法适用于污泥、污染土壤、粉煤灰、尾矿废石和冶炼炉渣等固体废物试样制备，而粉末压片法仅适用于污泥、污染土壤及粉煤灰固体废物试样制备。

本标准采用熔融玻璃片法测定固体废物中 16 种无机元素的检出限为 5 mg/kg~70 mg/kg，测定下限为 20 mg/kg~280 mg/kg；7 种氧化物的检出限为 0.01%~0.03%，测定下限为 0.04%~0.012%；采用粉末压片法测定固体废物中 16 种无机元素的检出限为 2 mg/kg~30 mg/kg，测定下限为 8 mg/kg~120 mg/kg；7 种氧化物的检出限为 0.01%~0.03%，测定下限为 0.04%~0.012%。参见附录 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。凡是未注明日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

HJ/T 20 工业固体废物采样制样技术规范

HJ/T 298 危险废物鉴别技术规范

3 方法原理

固体废物样品经过熔融玻璃片或者粉末压片制样后，放入波长色散 X 射线荧光光谱仪中，试样中各元素原子受到适当的高能辐射激发，放射出该元素的特征 X 射线，其强度大小与试样中该元素的质量分数成正比，通过测量特征 X 射线的强度来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

在处理基体影响时，特别是在计算基体对分析线辐射的吸收增强效应影响时，必须考虑

包括分析元素在内的整个样品的吸收,通过经验系数法或基本参数法等数学解析方法进行准确的计算处理后可减小这种基体效应的影响。

4.2 谱线重叠干扰

在对样品的分析过程中,目标元素分析谱线可能会受到基体中其它元素分析谱线的干扰,如铅的 La 线对砷的 Ka 线有明显的干扰。在可能的情况下,所选谱线应避免基体中其他元素的谱线干扰。也可通过分析多个标准样品,计算获得谱线重叠干扰校正系数,用来校正谱线重叠干扰。常见谱线干扰及谱线校正方式参见附录 B。

4.3 颗粒效应

粉末压片样品的粒度、不均匀性和表面结构等都会对分析线测量强度造成影响,应尽量控制这些因素,与标准样品保持一致,亦可采取熔融玻璃片法将这些影响减小甚至消除。

5 试剂和材料

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

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 硝酸锂溶液: $\rho=220\text{ g/L}$ 。

准确称取 22.0 g 硝酸锂 (5.3), 用实验用水溶解并定容至 100 ml。

5.6 溴化锂溶液: $\rho=60\text{ g/L}$ 。

准确称取 6.0 g 溴化锂 (5.4), 用实验用水溶解并定容至 100 ml。

5.7 硼酸 (H_3BO_3)。

5.8 高密度低压聚乙烯粉。

5.9 塑料环。

5.10 标准样品: 市售相应的国家及行业标准样品。

5.11 氩气-甲烷气: 90%氩气+10%甲烷。

6 仪器和设备

6.1 X 射线荧光光谱仪: 波长色散型, 带有计算机控制系统。

6.2 粉末压样机: 压力 $\geq 40\text{ MPa}$ 。

6.3 马弗炉: 可加热至 $800^\circ\text{C}\pm 5^\circ\text{C}$ 。

6.4 熔融制样机: 自动火焰熔样机、马弗炉型熔样机或者高频电感熔样机, 可加热至 1200°C 。

6.5 铂-金合金坩埚。

6.6 铂-金合金铸模 (95%Pt + 5%Au)。

6.7 天平: 感量为 0.1 mg。

6.8 非金属筛: 0.075 mm (200 目)。

6.9 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

按照 HJ/T 20 和 HJ/T 298 的相关规定进行固体废物样品的采集和保存。

7.2 样品制备

按照 HJ/T 20 和 HJ/T 298 要求进行风干、粗磨、细磨，全部过 200 目筛（6.8）备用。

7.3 试样的制备

7.3.1 熔融玻璃片法

熔融玻璃片法的基本操作过程为破碎取样，研磨，按比例称取样品及溶剂，添加氧化剂预氧化，高温熔融，铸片冷却固化等步骤。下面列举采用 34 mm 样品杯进行熔融玻璃片制样参考情况：

称取 1.000 g (± 0.005 g) 样品（7.2）与熔剂 3.300 g (± 0.005 g) 无水四硼酸锂（5.1）、6.700 g (± 0.005 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（5.5）和 1 ml 溴化锂溶液（5.6），在马弗炉（6.3）600℃加热预氧化 10 min，然后转入熔融制样机（6.4）1050℃熔融。熔融过程中需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，制成均匀透明、表面光洁、无气泡的玻璃状熔融样片。

注：样品与溶剂稀释比、熔剂比例、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（5.7）或者高密度低压聚乙烯粉（5.8）垫底、镶边或塑料环（5.9）镶边，将约 5 g 样品（7.2）于粉末压片机上以一定压力制成 ≥ 7 mm 厚度的表面平整、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），混合后加压成形。

8 分析步骤

8.1 建立测量方法

按照仪器使用说明建立测量方法。根据确定的测量元素，从数据库中选择测量谱线并优化。不同型号的仪器，其测定条件不尽相同，从仪器厂商提供的数据库中选择最佳工作条件，主要包括元素的分析线、X 光管的高压和电流、分光晶体、准直器、探测器、脉冲高度分布（PHA）、背景校正等，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，将标准样品（5.10）熔融制成玻璃片或者压制成薄片。按照 8.1 仪器条件，依次上机测定分析，记录 X 射线荧光强度。以元素（或者氧化物）的质量分数（mg/kg 或%）为横坐标，以其对应的 X 射线荧光强度（kcps 或强度比）为纵坐标，建立校准曲线。附录 D 给出了本方法测定 16 种无机元素和 7 种氧化物的校准曲线范围。

8.3 测定

按照与校准曲线建立（8.2）相同的条件测定试样（7.3）。

9 结果计算与表示

9.1 结果计算

对样品中无机元素或氧化物的质量分数（mg/kg 或百分数），按照公式（1）进行计算。

$$\omega_i = k \times (I_i + \beta_{ij} \times I_k) \times (1 + \sum \alpha_{ij} \times \omega_j) + b \quad (1)$$

式中： ω_i ——待测无机元素（或氧化物）的质量分数，mg/kg 或%；

ω_j ——干扰元素的质量分数，mg/kg 或%；

k ——校准曲线的斜率；

b ——校准曲线的截距；

I_i ——测量元素（或氧化物）的 X 射线荧光强度，kcps 或强度比；

β_{ij} ——谱线重叠校正系数；

I_k ——谱线重叠的理论计算强度；

α_{ij} ——干扰元素对测量元素（或氧化物）的 α 影响系数。

9.2 结果表示

测定结果小数点后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

六家实验室采用熔融玻璃片法对固体废物 GSB 07-3272-2015（污染土壤）、GSB 07-3273-2015（烟尘）、GSD-16（沉积物）、ZBK403（炉渣）、GFe-8（铁矿石）、煤灰实际样品 1、煤灰实际样品 2、污泥实际样品、污染土壤实际样品等 10 种有证标准物质样品或实际样品进行了 6 次重复测定，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~1457 mg/kg，再现性限为 7 mg/kg~4656 mg/kg；7 种氧化物的实验室内相对偏差为 0%~14%，实验室间相对偏差为 1.5%~18%，重复性限为 0.02%~21.4%，再现性限为 0.04%~20.3%。

六家实验室采用粉末压片法对固体废物 GSB 07-3272-2015（污染土壤）、GSB

07-3273-2015 (烟尘)、GSD-16 (沉积物)、ZBK403 (炉渣)、GFe-8 (铁矿石)、煤灰实际样品 1、煤灰实际样品 2、污泥实际样品、污染土壤实际样品等 10 种有证标准物质样品或实际样品进行了 6 次重复测定, 16 种无机元素的实验室内相对标准偏差为 0%~20%, 实验室间相对标准偏差为 2.7%~28%, 重复性限为 2.2 mg/kg~3697 mg/kg, 再现性限为 2.5 mg/kg~5381 mg/kg; 7 种氧化物的实验室内相对偏差为 0%~7.4%, 实验室间相对偏差为 1.6%~18%, 重复性限为 0.01%~2.80%, 再现性限为 0.06%~14.6%。

各无机元素与氧化物的精密度数据参见附录 E。

10.2 准确度

六家实验室采用熔融玻璃片法对固体废物有证标准物质样品进行了 6 次重复测定, 16 种无机元素的相对误差均值为-10%~13%, 相对误差最终值为-40%~36%; 7 种氧化物的相对误差均值为-6.7%~14%, 相对误差最终值为-29%~39%。

六家实验室采用粉末压片法对固体废物有证标准物质样品进行了 6 次重复测定, 16 种无机元素的相对误差均值为-11%~11%, 相对误差最终值为-28.1%~36%; 7 种氧化物的相对误差均值为-5.1%~10%, 相对误差最终值为-27%~27%。

各无机元素与氧化物的准确度数据参见附录 E。

11 质量保证和质量控制

11.1 每批样品分析时应至少测定一个有证标准样品, 其测定值与有证标准样品的允许相对误差见表 1。

表 1 有证标准样品准确度要求

| 质量分数范围 | 准确度 |
|------------|--|
| | $\Delta \lg C(\text{GBW}) = \lg C_i - \lg C_s $ |
| 检出限4倍以上~1% | ≤ 0.10 |
| 1%~5% | ≤ 0.07 |
| >5% | ≤ 0.05 |

注: C_i 为每个GBW标准物质的单次测量值; C_s 为GBW标准物质的标准值

11.2 每批样品应进行 5%的平行样测定, 当样品数小于 20 个时, 应至少测定 1 个平行样。测定结果的允许相对偏差见表 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% |
|----------------|-----------|
| >100 | ± 5 |
| 10~100 | ± 10 |
| ≤ 10 | ± 20 |

12 注意事项

12.1 固体废物类型多样，可能含有毒性、燃烧性、爆炸性、放射性、腐蚀性、传染性与致病性的有害废弃物。分析人员对固废来源须有所了解，做好防护措施。

12.2 制备粉末样品时，混合研磨过程非常重要。通常采用手工或机械方式，用湿法进行研磨。所谓湿法研磨，就是在样品中加入适量的酒精、乙醚或乙胺醇等有机试剂的研磨方法。

12.3 每次更换氩甲烷气体瓶后，建议复查与流气正比计数器有关的元素测量条件 PHA 高低限，复查校准曲线。如有明显变化，应进行漂移校正或重新测量标准样品并建立校准曲线。

12.4 硫和氯元素具有不稳定、极易受污染等特性，分析含硫或氯元素的样品时，建议使用粉末压片法并立即测定，如使用熔融玻璃片法则应注意硫和氯的损失。仪器测试过程中，样品受 X 射线照射后，氯元素的质量分数会有明显升高，因此如需测量氯元素，需将氯元素置于测量顺序首位。

12.5 更换 X 光管后，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。

附录 A
(规范性附录)
方法检出限和测定下限

附表 A.1 给出了本标准测定 16 种无机元素和 7 种氧化物的方法检出限和测定下限。

附表 A.1 测定元素和氧化物分析方法检出限和测定下限

| 元素或氧化物 | 熔融玻璃片法 | | 粉末压片法 | |
|--------------------------------|------------------------------|-----------------------------|-----------------------------|----------------------------|
| | 方法检出限 (元素 mg/kg, 氧化物%) | 测定下限 (元素 mg/kg, 氧化物%) | 方法检出限 (元素mg/kg, 氧化物%) | 测定下限 (元素mg/kg, 氧化物%) |
| As | 6 | 24 | 2 | 8 |
| Ba | 50 | 200 | 30 | 120 |
| Cl | / | / | 10 | 40 |
| Co | 10 | 40 | 2 | 8 |
| Cr | 30 | 120 | 5 | 20 |
| Cu | 30 | 120 | 3 | 12 |
| Mn | 30 | 120 | 8 | 32 |
| Ni | 10 | 40 | 2 | 8 |
| P | 20 | 80 | 9 | 36 |
| Pb | 30 | 120 | 3 | 12 |
| S | 70 | 280 | 10 | 40 |
| Sr | 6 | 24 | 2 | 8 |
| Ti | 60 | 240 | 20 | 80 |
| V | 20 | 80 | 6 | 24 |
| Zn | 7 | 28 | 3 | 12 |
| Zr | 5 | 20 | 3 | 12 |
| SiO ₂ | 0.03 | 0.12 | 0.03 | 0.12 |
| Al ₂ O ₃ | 0.02 | 0.08 | 0.01 | 0.04 |
| Fe ₂ O ₃ | 0.02 | 0.08 | 0.01 | 0.04 |
| K ₂ O | 0.02 | 0.08 | 0.02 | 0.08 |
| Na ₂ O | 0.03 | 0.12 | 0.02 | 0.08 |
| CaO | 0.01 | 0.04 | 0.01 | 0.04 |
| MgO | 0.02 | 0.08 | 0.01 | 0.04 |

附录 B

(资料性附录)

基体效应校正、谱线重叠干扰情况

附表 B.1 给出了本标准测定 16 种无机元素和 7 种氧化物的基体效应校正的参考。附表 B.2 给出了本方法中一些无机元素和氧化物的重叠谱线与校正方式。

附表 B.1 基体效应校准方式

| 元素 | 基体校正方式 | 元素 | 基体校正方式 |
|--------|----------------|---|----------------|
| 砷 (As) | 变化 α 系数 | 钛 (Ti) | 变化 α 系数 |
| 钡 (Ba) | 变化 α 系数 | 钒 (V) | 变化 α 系数 |
| 氯 (Cl) | 固定 α 系数 | 锌 (Zn) | 变化 α 系数 |
| 钴 (Co) | 变化 α 系数 | 锆 (Zr) | 固定 α 系数 |
| 铬 (Cr) | 变化 α 系数 | 二氧化硅 (SiO ₂) | 固定 α 系数 |
| 铜 (Cu) | 变化 α 系数 | 三氧化二铝 (Al ₂ O ₃) | 变化 α 系数 |
| 锰 (Mn) | 变化 α 系数 | 三氧化二铁 (Fe ₂ O ₃) | 固定 α 系数 |
| 镍 (Ni) | 变化 α 系数 | 氧化钾 (K ₂ O) | 变化 α 系数 |
| 磷 (P) | 变化 α 系数 | 氧化钠 (Na ₂ O) | 变化 α 系数 |
| 铅 (Pb) | 变化 α 系数 | 氧化钙 (CaO) | 变化 α 系数 |
| 硫 (S) | 固定 α 系数 | 氧化镁 (MgO) | 变化 α 系数 |
| 锶 (Sr) | 变化 α 系数 | | |

附表 B.2 重叠谱线与校正方式

| 测量元素 | 分析谱线 | 重叠谱线 | 用于重叠校正的谱线 |
|------|------------|-----------------------------|------------------------------|
| As | K α | Pb L α | Pb L β |
| Ba | L α | Ti K α | Ti K α |
| Co | K α | Fe K β | Fe K α |
| Cr | K α | V K β | V K α |
| Cu | K α | Ni K β | Ni K α |
| Mn | K α | Fe K α 、Cr K β | Fe K α 、Cr K α |
| Ni | K α | Co K β | Co K α |
| P | K α | Ca K β | Ca K α |
| V | K α | Ti K β | Ti K α |
| Zr | K α | Sr K β | Sr K α |
| Al | K α | Br L α | Br L α |
| Fe | K α | Mn K β | Mn K α |
| Na | K α | Zn L α | Zn K α |
| Mg | K α | Al K α | Al K α |

附录 C
(资料性附录)
分析仪器参考条件

附表 C.1~C.5 给出了本标准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。

附表 C.1 仪器分析参考条件 1

| 元素 | 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% | |
|--------------------------------|-----|----------|----------|---------|--------------|----------|------------|-------------------|---------|--------------|--------------|------|-----|
| | | | | | | | | | | | | | |
| As | Kα | 60 | 50 | 无 | 0.23 | LiF200 | 33.957 | 32.499; 35.144 | SC | 40 | 20 | 50 | 150 |
| Ba | Lα | 50 | 60 | 无 | 0.23 | LiF200 | 87.169 | 89.171 | FC | 30 | 10 | 50 | 150 |
| Cl | Kα | 30 | 100 | 无 | 0.46 | PET | 65.442 | 67.012 | FC | 30 | 10 | 50 | 150 |
| Co | Kα | 60 | 50 | 无 | 0.23 | LiF200 | 52.805 | 54.001 | SC | 30 | 10 | 50 | 150 |
| Cr | Kα | 60 | 50 | 无 | 0.46 | LiF200 | 69.364 | 67.207; 72.263 | SC | 20 | 10 | 50 | 150 |
| Cu | Kα | 60 | 50 | 无 | 0.46 | LiF200 | 45.022 | 44.205; 46.628 | SC | 30 | 10 | 50 | 150 |
| Mn | Kα | 60 | 50 | 无 | 0.46 | LiF200 | 62.984 | / | SC | 20 | / | 50 | 150 |
| Ni | Kα | 60 | 50 | 无 | 0.46 | LiF200 | 48.687 | 50.193 | SC | 20 | 6 | 50 | 150 |
| P | Kα | 30 | 100 | 无 | 0.46 | PET | 89.402 | 91.516 | FC | 20 | 6 | 50 | 150 |
| Pb | Lβ1 | 60 | 50 | 无 | 0.23 | LiF200 | 28.261 | 28.81 | SC | 40 | 20 | 50 | 150 |
| S | Kα | 30 | 100 | 无 | 0.46 | PET | 75.73 | 79.532 | FC | 20 | 6 | 50 | 150 |
| Sr | Kα | 60 | 50 | 无 | 0.23 | LiF200 | 25.153 | 24.5 | SC | 10 | 4 | 50 | 150 |
| Ti | Kα | 50 | 60 | 无 | 0.23 | LiF200 | 86.154 | 89.171 | FC | 14 | 6 | 50 | 150 |
| V | Kα | 50 | 60 | 无 | 0.23 | LiF200 | 76.953 | 74.271 | FC | 30 | 10 | 50 | 150 |
| Zn | Kα | 60 | 50 | 无 | 0.46 | LiF200 | 41.815 | 42.532 | SC | 20 | 6 | 50 | 150 |
| Zr | Kα | 60 | 50 | 无 | 0.23 | LiF200 | 22.533 | 24.5 | SC | 20 | 6 | 50 | 150 |
| SiO ₂ | Kα | 30 | 100 | 无 | 0.46 | PET | 109.001 | 112.762 | FC | 30 | 10 | 40 | 250 |
| Al ₂ O ₃ | Kα | 30 | 100 | 无 | 0.46 | PET | 144.615 | 147.812 | FC | 20 | 6 | 50 | 150 |
| Fe ₂ O ₃ | Kα | 50 | 5 | 无 | 0.23 | LiF200 | 57.523 | 59.619 | FC | 30 | 10 | 40 | 250 |
| K ₂ O | Kα | 50 | 60 | 无 | 0.46 | LiF200 | 136.673 | 139.511 | FC | 10 | 4 | 50 | 150 |
| Na ₂ O | Kα | 30 | 100 | 无 | 0.46 | XS-55 | 25.091 | 23.264 | FC | 30 | 10 | 50 | 150 |
| CaO | Kα | 50 | 60 | 无 | 0.23 | LiF200 | 113.09 | 115.236 | FC | 20 | 6 | 50 | 150 |
| MgO | Kα | 30 | 100 | 无 | 0.46 | XS-55 | 20.845 | 23.172 | FC | 30 | 10 | 50 | 160 |

附表 C.2 仪器分析参考条件 2

| 元素 | 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% | |
|--------------------------------|-------------|----------|----------|-----------------|--------------|----------|-----------------|--------------------|-----|--------------|--------------|------|----|
| As | K α | 60 | 60 | Al[200 μ M] | 150 μ M | LiF200 | 33.997 | 0.7188, -0.5854 | SC | 34 | 20 | 15 | 78 |
| Ba | L α | 40 | 90 | 无 | 300 μ M | LiF200 | 87.1824 | 0.7544 | FPC | 34 | 12 | 30 | 65 |
| Cl | K α | 30 | 120 | 无 | 300 μ M | Ge 111 | 92.7496 | 3.736, -1.5202 | FPC | 40 | 20 | 33 | 67 |
| Co | K α | 60 | 60 | 无 | 150 μ M | LiF200 | 52.8028 | 0.5696, -0.3816 | SC | 50 | 32 | 15 | 78 |
| Cr | K α | 50 | 72 | 无 | 300 μ M | LiF200 | 69.3552 | 0.6644 | FPC | 40 | 16 | 11 | 69 |
| Cu | K α | 60 | 60 | Al[200 μ M] | 150 μ M | LiF200 | 44.9918 | 0.735 | SC | 40 | 20 | 15 | 78 |
| Mn | K α | 60 | 60 | 无 | 300 μ M | LiF200 | 62.9692 | 0.9986 | FPC | 30 | 10 | 15 | 68 |
| Ni | K α | 60 | 60 | Al[200 μ M] | 150 μ M | LiF200 | 48.6674 | 0.8698 | SC | 40 | 20 | 24 | 75 |
| P | K α | 30 | 120 | 无 | 300 μ M | Ge 111 | 140.9938 | 1.5084 | FPC | 36 | 16 | 35 | 67 |
| Pb | L β 1 | 60 | 60 | Al[200 μ M] | 150 μ M | LiF200 | 28.2628 | 0.5474 | SC | 40 | 32 | 15 | 78 |
| S | K α | 30 | 120 | 无 | 300 μ M | Ge 111 | 110.7328 | 1.0818 | FPC | 40 | 16 | 35 | 65 |
| Sr | K α | 60 | 60 | Al[200 μ M] | 150 μ M | LiF200 | 25.144 | 0.6488, -0.4850 | SC | 40 | 32 | 16 | 78 |
| Ti | K α | 50 | 72 | 无 | 300 μ M | LiF200 | 86.1554 | -1.6446 | FPC | 30 | 10 | 26 | 71 |
| V | K α | 50 | 72 | 无 | 300 μ M | LiF200 | 76.9592 | -0.7892 | FPC | 40 | 16 | 20 | 70 |
| Zn | K α | 60 | 60 | Al[200 μ M] | 150 μ M | LiF200 | 41.7846 | 0.7988 | SC | 24 | 10 | 15 | 78 |
| Zr | K α | 60 | 60 | Al[200 μ M] | 150 μ M | LiF200 | 22.5288 | 0.5542, -0.60 | SC | 24 | 20 | 20 | 78 |
| SiO ₂ | K α | 30 | 120 | 无 | 300 μ M | PE 002 | 109.1528 | 2.2684 | FPC | 20 | 10 | 25 | 75 |
| Al ₂ O ₃ | K α | 30 | 120 | 无 | 300 μ M | PE 002 | 144.8852 | 2.4712 | FPC | 20 | 10 | 22 | 78 |
| Fe ₂ O ₃ | K α | 60 | 60 | Al[200 μ M] | 150 μ M | LiF200 | 57.4848 | 0.7148 | SC | 20 | 10 | 15 | 78 |
| K ₂ O | K α | 30 | 120 | 无 | 300 μ M | LiF200 | 136.6612 | 2.1694 | FPC | 24 | 10 | 26 | 74 |
| Na ₂ O | K α | 30 | 120 | 无 | 700 μ M | PX1 | 27.5782 | 1.7150, -1.1278 | FPC | 50 | 32 | 35 | 67 |
| CaO | K α | 30 | 120 | 无 | 150 μ M | LiF200 | 113.0806 | 1.7004 | FPC | 20 | 10 | 25 | 75 |
| MgO | K α | 30 | 120 | 无 | 700 μ M | PX1 | 22.8514 | 0.925 | FPC | 40 | 20 | 33 | 67 |

附表 C.3 仪器分析参考条件 3

| 元素 | 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% | |
|--------------------------------|-------------|----------|----------|---------|--------------|----------|-----------------|-------------------|---------|--------------|--------------|------|------|
| | | | | | | | | | | | | | |
| As | K α | 50 | 70 | 无 | 细 | LiF200 | 33.962 | 33.405 | SC | 40 | 20 | 353 | 1991 |
| Ba | L α | 50 | 70 | 无 | 细 | LiF200 | 87.172 | 88.322 | SC | 40 | 20 | 382 | 1854 |
| Cl | K α | 30 | 120 | 无 | 粗 | Ge 111 | 92.753 | 91.903 | FPC | 40 | 20 | 250 | 1783 |
| Co | K α | 50 | 70 | 无 | 细 | LiF200 | 52.761 | 54.001 | SC | 40 | 20 | 386 | 1859 |
| Cr | K α | 50 | 70 | 无 | 细 | LiF200 | 69.323 | 68.780 | SC | 40 | 20 | 287 | 1764 |
| Cu | K α | 50 | 70 | 无 | 细 | LiF200 | 44.987 | 44.405 | SC | 40 | 20 | 335 | 1854 |
| Mn | K α | 50 | 70 | 无 | 细 | LiF200 | 62.933 | 61.892 | SC | 40 | 20 | 287 | 1642 |
| Ni | K α | 50 | 70 | 无 | 细 | LiF200 | 48.636 | 47.904 | SC | 40 | 20 | 320 | 1958 |
| P | K α | 30 | 120 | 无 | 粗 | Ge 111 | 141.191 | 139.798 | FPC | 40 | 20 | 316 | 1783 |
| Pb | L β 1 | 50 | 70 | 无 | 细 | LiF200 | 28.263 | 28.796 | SC | 40 | 20 | 335 | 1774 |
| S | K α | 30 | 120 | 无 | 粗 | Ge 111 | 110.607 | 109.408 | FPC | 40 | 20 | 268 | 1637 |
| Sr | K α | 50 | 70 | 无 | 细 | LiF200 | 25.114 | 24.609 | SC | 40 | 20 | 311 | 1552 |
| Ti | K α | 50 | 70 | 无 | 细 | LiF200 | 86.106 | 84.507 | FPC | 20 | 10 | 250 | 1774 |
| V | K α | 50 | 70 | 无 | 细 | LiF200 | 76.893 | 76.012 | FPC | 40 | 20 | 302 | 1840 |
| Zn | K α | 50 | 70 | 无 | 细 | LiF200 | 41.764 | 41.309 | SC | 40 | 20 | 339 | 2000 |
| Zr | K α | 50 | 70 | 无 | 细 | LiF200 | 22.510 | 22.052, 23.104 | SC | 40 | 20 | 448 | 1679 |
| SiO ₂ | K α | 30 | 120 | 无 | 粗 | PET 002 | 109.207 | 111.313 | FPC | 20 | 10 | 250 | 2000 |
| Al ₂ O ₃ | K α | 30 | 120 | 无 | 粗 | PET 002 | 145.106 | 143.588 | FPC | 20 | 10 | 250 | 2000 |
| Fe ₂ O ₃ | K α | 50 | 70 | 无 | 细 | LiF200 | 57.479 | 56.497 | FPC | 20 | 10 | 250 | 2000 |
| K ₂ O | K α | 50 | 70 | 无 | 细 | LiF200 | 136.605 | 135.213 | FPC | 20 | 10 | 400 | 1689 |
| Na ₂ O | K α | 30 | 120 | 无 | 粗 | XS_55 | 24.397 | 22.708 | FPC | 20 | 10 | 363 | 2000 |
| CaO | K α | 50 | 70 | 无 | 细 | LiF200 | 113.082 | 111.325 | FPC | 20 | 10 | 550 | 1736 |
| MgO | K α | 30 | 120 | 无 | 粗 | XS_55 | 20.208 | 21.915 | FPC | 20 | 10 | 300 | 2000 |

附表 C.4 仪器分析参考条件 4

| 元素 | 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 | |
|--------------------------------|----|----------|----------|---------|--------------|----------|---------------------|---------------------|---------|--------------|--------------|-----|-----|
| As | Ka | 60 | 60 | 无 | 0.15 | LiF200 | 33.998 | 34.987 | SC | 40 | 20 | 30 | 120 |
| Ba | La | 40 | 90 | 无 | 0.15 | LiF200 | 87.163 | 88.645 | FPC | 40 | 20 | 55 | 100 |
| Cl | Ka | 40 | 90 | 无 | 0.15 | Ge 111 | 92.761 | 94.202 | FPC | 40 | 20 | 65 | 80 |
| Co | Ka | 60 | 60 | 无 | 0.15 | LiF200 | 52.795 | 53.788 | FPC | 40 | 20 | 30 | 120 |
| Cr | Ka | 60 | 60 | 无 | 0.15 | LiF200 | 69.354 | 70.35 | FPC | 40 | 20 | 30 | 120 |
| Cu | Ka | 60 | 60 | 无 | 0.15 | LiF200 | 45.027 | 46.011 | SC | 40 | 20 | 30 | 120 |
| Mn | Ka | 60 | 60 | 无 | 0.15 | LiF200 | 62.973 | 63.966 | FPC | 40 | 20 | 30 | 120 |
| Ni | Ka | 60 | 60 | 无 | 0.15 | LiF200 | 48.667 | 49.659 | SC | 40 | 20 | 30 | 120 |
| P | Ka | 40 | 90 | 无 | 0.15 | Ge 111 | 140.937 | 139.447 | FPC | 40 | 20 | 65 | 80 |
| Pb | Lb | 60 | 60 | 无 | 0.15 | LiF200 | 28.257 | 29.252 | SC | 40 | 20 | 30 | 120 |
| S | Ka | 40 | 90 | 无 | 0.15 | Ge 111 | 110.614 | 112.084 | FPC | 40 | 20 | 65 | 80 |
| Sr | Ka | 60 | 60 | 无 | 0.15 | LiF200 | 25.149 | 26.144 | SC | 40 | 20 | 30 | 120 |
| Ti | Ka | 40 | 90 | 无 | 0.15 | LiF200 | 86.137 | 85.152 | FPC | 40 | 20 | 55 | 100 |
| V | Ka | 40 | 90 | 无 | 0.15 | LiF200 | 76.933 | 75.930 | FPC | 40 | 20 | 30 | 120 |
| Zn | Ka | 60 | 60 | 无 | 0.15 | LiF200 | 41.799 | 42.791 | SC | 40 | 20 | 30 | 120 |
| Zr | Ka | 60 | 60 | 无 | 0.15 | LiF200 | 22.551 | 23.54 | SC | 40 | 20 | 30 | 120 |
| SiO ₂ | Ka | 40 | 90 | 无 | 0.15 | PET | 109.028 | 110.517 | FPC | 40 | 20 | 30 | 120 |
| Al ₂ O ₃ | Ka | 40 | 90 | 无 | 0.4 | PET | 144.668 | 143.234 | FPC | 40 | 20 | 30 | 120 |
| Fe ₂ O ₃ | Ka | 60 | 60 | 无 | 0.15 | LiF200 | 57.518 | 58.512 | FPC | 40 | 20 | 30 | 120 |
| K ₂ O | Ka | 40 | 90 | 无 | 0.15 | LiF200 | 136.65 | 135.692 | FPC | 40 | 20 | 55 | 100 |
| Na ₂ O | Ka | 40 | 90 | 无 | 0.4 | AX03 | 45.451 | 43.502 | FPC | 40 | 20 | 30 | 120 |
| CaO | Ka | 40 | 90 | 无 | 0.15 | LiF200 | 113.086 | 112.096 | FPC | 40 | 20 | 55 | 100 |
| MgO | Ka | 40 | 90 | 无 | 0.4 | AX03 | 37.422 | 39.336 | FPC | 40 | 20 | 30 | 120 |

附表 C.5 仪器分析参考条件 5

| 元素 | 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% | |
|--------------------------------|-------------|----------|----------|---------|--------------|----------|---------------------|---------------------|---------|--------------|--------------|------|----|
| As | K α | 40 | 90 | 无 | STD | LiF | 33.900 | 35.000 | SC | 28 | 16 | 20 | 82 |
| Ba | L α | 40 | 90 | 无 | STD | LiF | 87.100 | 88.200 | SC | 28 | 16 | 20 | 80 |
| Cl | K α | 30 | 90 | 无 | STD | Ge | 92.760 | 95.000 | FPC | 40 | 20 | 16 | 78 |
| Co | K α | 40 | 90 | 无 | STD | LiF | 52.800 | 53.300 | SC | 28 | 16 | 24 | 86 |
| Cr | K α | 40 | 90 | 无 | STD | LiF | 69.350 | 70.500 | SC | 28 | 16 | 22 | 84 |
| Cu | K α | 40 | 90 | 无 | STD | LiF | 45.000 | 45.700 | SC | 28 | 16 | 16 | 88 |
| Mn | K α | 40 | 90 | 无 | STD | LiF | 62.950 | 63.700 | SC | 24 | 12 | 20 | 90 |
| Ni | K α | 40 | 90 | 无 | STD | LiF | 48.600 | 50.000 | SC | 28 | 16 | 20 | 86 |
| P | K α | 30 | 90 | 无 | STD | Ge | 141.030 | 143.000 | FPC | 30 | 16 | 20 | 86 |
| Pb | L β 1 | 40 | 90 | 无 | STD | LiF | 28.200 | 28.700 | SC | 28 | 20 | 30 | 82 |
| S | K α | 30 | 90 | 无 | STD | Ge | 110.600 | 113.000 | FPC | 30 | 16 | 18 | 70 |
| Sr | K α | 40 | 90 | 无 | STD | LiF | 25.100 | 25.700 | SC | 28 | 12 | 20 | 80 |
| Ti | K α | 40 | 90 | 无 | STD | LiF | 86.100 | 84.500 | FPC | 20 | 12 | 26 | 68 |
| V | K α | 40 | 90 | 无 | STD | LiF | 76.900 | 78.100 | SC | 28 | 16 | 18 | 98 |
| Zn | K α | 40 | 90 | 无 | STD | LiF | 41.700 | 42.500 | SC | 28 | 16 | 20 | 86 |
| Zr | K α | 60 | 60 | 无 | STD | LiF | 22.500 | 23.150 | SC | 28 | 12 | 34 | 74 |
| SiO ₂ | K α | 30 | 20 | 无 | STD | PET | 108.900 | 111.750 | FPC | 20 | 10 | 12 | 76 |
| Al ₂ O ₃ | K α | 30 | 90 | 无 | STD | PET | 144.500 | 147.500 | FPC | 20 | 16 | 12 | 80 |
| Fe ₂ O ₃ | K β | 40 | 50 | 无 | STD | LiF | 51.700 | 52.400 | SC | 20 | 12 | 16 | 94 |
| K ₂ O | K α | 30 | 120 | 无 | STD | LiF | 136.700 | 140.000 | FPC | 20 | 20 | 18 | 70 |
| Na ₂ O | K α | 30 | 120 | 无 | STD | TAP | 55.050 | 52.400 | FPC | 40 | 16 | 20 | 86 |
| CaO | K α | 30 | 30 | 无 | STD | LiF | 113.100 | 115.000 | FPC | 20 | 12 | 20 | 74 |
| 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

附表 D.1 给出了本方法测定 16 种无机元素和 7 种氧化物的校准曲线范围，校准曲线的范围随有证标准样品的变化而变化。

附表 D.1 本方法测定元素校准曲线范围

| 元素/化合物 | 质量分数范围 | 元素/化合物 | 质量分数范围 |
|------------|-----------|------------------------------------|------------|
| As (mg/kg) | 412~4.4 | Ti (mg/kg) | 57800~1900 |
| Ba (mg/kg) | 1210~118 | Zn (mg/kg) | 780~30 |
| Cl (mg/kg) | 40000~38 | Zr (mg/kg) | 500~134 |
| Co (mg/kg) | 97~5.0 | V (mg/kg) | 247~36 |
| Cr (mg/kg) | 410~25 | SiO ₂ (%) | 78.3~32.7 |
| Cu (mg/kg) | 390~11.4 | Al ₂ O ₃ (%) | 29.3~9.65 |
| Mn (mg/kg) | 2490~304 | Fe ₂ O ₃ (%) | 18.8~2 |
| Ni (mg/kg) | 276~9.6 | K ₂ O (%) | 3.28~0.2 |
| P (mg/kg) | 1150~228 | Na ₂ O (%) | 8.96~0.08 |
| Pb (mg/kg) | 636~13.4 | CaO (%) | 8.27~0.1 |
| S (mg/kg) | 27000~108 | MgO (%) | 2.96~0.26 |
| Sr (mg/kg) | 2570~20 | | |

附录 E
(资料性附录)

方法精密度和准确度

附表 E.1 和附表 E.2 给出了六家实验室对固体废物有证标准样品和实际样品进行 6 次重复测定获得的精密度结果。

附表 E.3 和附表 E.4 给出了六家实验室对固体废物有证标准样品和实际样品进行 6 次重复测定获得的准确度结果。

附表 E.1 本方法精密度 (熔融玻璃片法)

| 元素或氧化物 | 样品 | 六家实验室平均值 \bar{X}_i (元素 mg/kg, 氧化物%) | 实验室内相对标准偏差 RSD(%) | 实验室间相对标准偏差 RSD(%) | 重复性限 r(元素 mg/kg, 氧化物%) | 再现性限 R(元素 mg/kg, 氧化物%) |
|--------|-------------------------|---------------------------------------|-------------------|-------------------|------------------------|------------------------|
| 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 |
| | 煤灰实际样品 1 | 36 | 1.9~7.5 | 8.3 | 5 | 10 |
| | 煤灰实际样品 2 | 22 | 4.6~11 | 11 | 7 | 9 |
| 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 | 155 | 279 |
| | GSD-16 (沉积物) | 577 | 1.4~8.3 | 4.1 | 70 | 88 |
| | ZBK403 (炉渣) | 1077 | 0.9~3 | 16 | 65 | 487 |
| | 煤灰实际样品 1 | 4734 | 1.9~5 | 23 | 368 | 3116 |
| | 煤灰实际样品 2 | 2134 | 0.7~6 | 20 | 128 | 1184 |
| 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 |
| | 煤灰实际样品 1 | 34 | 3~13 | 6.8 | 7 | 9 |
| | 煤灰实际样品 2 | 26 | 3.9~9.9 | 8.3 | 6 | 8 |
| 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 |
| | 煤灰实际样品 1 | 271 | 1.3~5.2 | 6.3 | 21 | 51 |
| | 煤灰实际样品 2 | 236 | 0.9~10 | 5.4 | 30 | 45 |
| Cu | GSB 07-3272-2016 (污染土壤) | 71 | 1.3~7.8 | 3.5 | 8 | 10 |
| | GSB 07-3273-2016 (烟尘) | 67 | 1.7~11 | 5.8 | 14 | 17 |
| | 煤灰实际样品 1 | 110 | 4.4~6.4 | 6.6 | 16 | 25 |
| | 煤灰实际样品 2 | 78 | 4.0~5.0 | 4.3 | 8 | 11 |
| Mn | GSB 07-3272-2015 (污染土壤) | 2439 | 0.5~1.0 | 4.2 | 53 | 289 |

| 元素或氧化物 | 样品 | 六家实验室平均值 Xi(元素 mg/kg, 氧化物%) | 实验室内相对标准偏差 RSD(%) | 实验室间相对标准偏差 RSD(%) | 重复性限 r(元素 mg/kg, 氧化物%) | 再现性限 R(元素 mg/kg, 氧化物%) |
|--------|-------------------------|-----------------------------|-------------------|-------------------|------------------------|------------------------|
| | 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) | 3653 | 0.1~2.4 | 13 | 113 | 1295 |
| | GFe-8 (铁矿石) | 752 | 0.9~8.9 | 7.2 | 117 | 181 |
| | 煤灰实际样品 1 | 547 | 1.2~2.1 | 9.7 | 28 | 151 |
| | 煤灰实际样品 2 | 439 | 0.6~3.4 | 11 | 22 | 133 |
| 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 |
| | 煤灰实际样品 1 | 110 | 1.2~5.4 | 4.0 | 11 | 16 |
| | 煤灰实际样品 2 | 84 | 1.3~12 | 4.7 | 14 | 17 |
| P | GSB 07-3272-2015 (污染土壤) | 963 | 0.7~2.8 | 2.0 | 40 | 65 |
| | GSB 07-3273-2015 (烟尘) | 1320 | 0.3~11 | 6.5 | 280 | 350 |
| | 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 |
| | GFe-8 (铁矿石) | 108 | 1.5~7.9 | 4.4 | 17 | 20 |
| | 煤灰实际样品 1 | 2742 | 1.4~4 | 2.8 | 214 | 292 |
| | 煤灰实际样品 2 | 1841 | 0.5~1.2 | 1.5 | 53 | 90 |
| Pb | GSB 07-3272-2015 (污染土壤) | 954 | 0.6~2.7 | 4.5 | 42 | 127 |
| | 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 |
| | 煤灰实际样品 1 | 79 | 0.1~15 | 11 | 21 | 31 |
| | 煤灰实际样品 2 | 42 | 0~12 | 9.5 | 10 | 14 |
| S | GSB 07-3272-2015 (污染土壤) | 349 | 10~23 | 13 | 164 | 196 |
| | GSB 07-3273-2015 (烟尘) | 1886 | 0.6~11 | 8.6 | 382 | 571 |
| | GSD-16 (沉积物) | 105 | 8.1~12 | 12 | 29 | 41 |
| | ZBK403 (炉渣) | 7099 | 0.2~2.1 | 5.6 | 171 | 1128 |
| | 煤灰实际样品 1 | 22551 | 2~2.8 | 7.1 | 1457 | 4648 |
| | 煤灰实际样品 2 | 15074 | 2.1~3.1 | 11 | 1049 | 4656 |
| Sr | GSB 07-3272-2016 (污染土壤) | 30 | 0.9~13 | 30 | 6 | 26 |
| | GSB 07-3273-2016 (烟尘) | 1304 | 0.1~3.8 | 7.3 | 100 | 281 |
| | GSD-17 (沉积物) | 259 | 0.8~2.1 | 6.8 | 10 | 50 |
| | 炉渣 ZBK404 | 776 | 0.1~3.6 | 6.2 | 34 | 138 |
| | 铁矿石 GFe-9 | 40 | 0.9~6.8 | 16 | 5 | 19 |
| | 煤灰实际样品 1 | 2819 | 1.2~2.3 | 4.8 | 144 | 398 |
| | 煤灰实际样品 2 | 1231 | 0.5~0.9 | 4.0 | 25 | 141 |
| Ti | GSB 07-3272-2015 (污染土壤) | 4050 | 0.8~1.2 | 3.8 | 113 | 444 |

| 元素或氧化物 | 样品 | 六家实验室平均值 Xi(元素 mg/kg, 氧化物%) | 实验室内相对标准偏差 RSD(%) | 实验室间相对标准偏差 RSD(%) | 重复性限 r(元素 mg/kg, 氧化物%) | 再现性限 R(元素 mg/kg, 氧化物%) |
|--------------------------------|-------------------------|-----------------------------|-------------------|-------------------|------------------------|------------------------|
| | GSB 07-3273-2015 (烟尘) | 6827 | 0.1~9 | 5.2 | 1198 | 1472 |
| | GSD-16 (沉积物) | 1531 | 0.8~1.6 | 10 | 48 | 433 |
| | ZBK403 (炉渣) | 4315 | 0.1~3.2 | 12 | 178 | 1465 |
| | GFe-8 (铁矿石) | 594 | 0.6~6.4 | 1.5 | 69 | 63 |
| | 煤灰实际样品 1 | 5777 | 1~2.9 | 3.7 | 272 | 649 |
| | 煤灰实际样品 2 | 6334 | 0.6~2.7 | 2.4 | 140 | 451 |
| 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 |
| | 煤灰实际样品 1 | 198 | 1.3~4.7 | 11 | 17 | 62 |
| 煤灰实际样品 2 | 172 | 2.1~3.6 | 4.6 | 14 | 26 | |
| 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 |
| | 煤灰实际样品 1 | 125 | 1.1~4.9 | 5.6 | 10 | 21 |
| 煤灰实际样品 2 | 73 | 2.3~8.7 | 7.1 | 9 | 17 | |
| 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 | 186 |
| | 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 |
| | 煤灰实际样品 1 | 335 | 0.6~2.4 | 23 | 14 | 212 |
| | 煤灰实际样品 2 | 292 | 0.4~2.8 | 11 | 13 | 94 |
| SiO ₂ | GSB 07-3272-2015 (污染土壤) | 63.8 | 1.3~5.3 | 5.6 | 4.58 | 10.8 |
| | GSB 07-3273-2015 (烟尘) | 43.5 | 0.2~14 | 8.1 | 10.81 | 13.9 |
| | GSD-16 (沉积物) | 72.5 | 1~1.5 | 5.5 | 2.54 | 11.45 |
| | ZBK403 (炉渣) | 29.2 | 0.1~3.9 | 2.9 | 1.31 | 2.65 |
| | GFe-8 (铁矿石) | 8.0 | 0.3~2.3 | 6.0 | 0.27 | 1.36 |
| | 煤灰实际样品 1 | 46.8 | 1.1~3.7 | 2.5 | 2.67 | 4.04 |
| 煤灰实际样品 2 | 50.0 | 0.6~3.7 | 5.4 | 1.45 | 7.70 | |
| Al ₂ O ₃ | GSB 07-3272-2016 (污染土壤) | 13.6 | 1.2~5.9 | 2.1 | 1.02 | 1.22 |

| 元素或氧化物 | 样品 | 六家实验室平均值 Xi(元素 mg/kg, 氧化物%) | 实验室内相对标准偏差 RSD(%) | 实验室间相对标准偏差 RSD(%) | 重复性限 r(元素 mg/kg, 氧化物%) | 再现性限 R(元素 mg/kg, 氧化物%) |
|------------------------------------|-------------------------|-----------------------------|-------------------|-------------------|------------------------|------------------------|
| | GSB 07-3273-2016 (烟尘) | 29.4 | 0.3~14 | 5.6 | 7.12 | 7.98 |
| | GSD-17 (沉积物) | 11.6 | 0.9~1.7 | 1.9 | 0.45 | 0.73 |
| | 炉渣 ZBK404 | 17.9 | 0.1~2.7 | 3.0 | 0.57 | 1.60 |
| | 铁矿石 GFe-9 | 1.1 | 1.1~9 | 7.9 | 0.11 | 0.25 |
| | 煤灰实际样品 1 | 21.1 | 1.4~3.5 | 1.8 | 1.13 | 1.50 |
| | 煤灰实际样品 2 | 22.7 | 0.4~3.5 | 3.0 | 0.69 | 1.99 |
| Fe ₂ O ₃ (%) | GSB 07-3272-2015 (污染土壤) | 6.7 | 0.5~0.9 | 2.3 | 0.17 | 0.46 |
| | GSB 07-3273-2015 (烟尘) | 4.4 | 0.1~6.7 | 3.6 | 0.54 | 0.67 |
| | GSD-16 (沉积物) | 1.8 | 0~1.0 | 2.9 | 0.04 | 0.15 |
| | ZBK403 (炉渣) | 0.7 | 0~2.1 | 8.4 | 0.02 | 0.16 |
| | GFe-8 (铁矿石) | 95.1 | 0.3~13 | 3.6 | 21.43 | 20.28 |
| | 煤灰实际样品 1 | 9.8 | 0.9~2.0 | 18 | 0.39 | 4.82 |
| | 煤灰实际样品 2 | 6.5 | 0.7~2.0 | 2.3 | 0.13 | 0.44 |
| K ₂ O | GSB 07-3272-2015 (污染土壤) | 1.9 | 0.4~1.6 | 1.5 | 0.07 | 0.10 |
| | GSB 07-3273-2015 (烟尘) | 1.0 | 0.2~5.5 | 2.3 | 0.10 | 0.11 |
| | GSD-16 (沉积物) | 3.0 | 0.9~1.4 | 1.6 | 0.09 | 0.16 |
| | ZBK403 (炉渣) | 0.4 | 0~3.9 | 12 | 0.03 | 0.14 |
| | GSB 07-3272-2015 (污染土壤) | 1.6 | 0.4~1.6 | 4.5 | 0.04 | 0.20 |
| Na ₂ O (%) | 煤灰实际样品 1 | 3.2 | 1.6~8 | 12 | 0.55 | 1.19 |
| | 污染土壤实际样品 | 1.4 | 0.9~11 | 17 | 1.07 | 1.10 |
| CaO | GSB 07-3272-2015 (污染土壤) | 0.4 | 0~6.7 | 14 | 0.03 | 0.14 |
| | GSB 07-3273-2015 (烟尘) | 6.0 | 0.2~7.1 | 6.2 | 0.76 | 1.25 |
| | GSS-7 (土壤) | 2.7 | 0.8~2 | 5.4 | 0.10 | 0.42 |
| | 煤灰实际样品 1 | 35.0 | 0~2.9 | 10 | 1.22 | 10.25 |
| | 煤灰实际样品 2 | 0.3 | 0~4.7 | 10 | 0.02 | 0.08 |
| | 污泥实际样品 | 6.1 | 1.1~2.2 | 14 | 0.23 | 2.32 |
| | 污染土壤实际样品 | 4.8 | 0.6~2.2 | 4.6 | 0.11 | 0.63 |
| MgO | GSB 07-3272-2015 (污染土壤) | 2.5 | 1.1~8.6 | 2.3 | 0.26 | 0.28 |
| | GSB 07-3273-2015 (烟尘) | 0.9 | 0.4~9.1 | 4.7 | 0.17 | 0.20 |
| | GSS-7 (土壤) | 0.8 | 2.3~7.5 | 14 | 0.10 | 0.33 |
| | 煤灰实际样品 1 | 11.2 | 0~3.2 | 7.6 | 0.42 | 2.41 |
| | 煤灰实际样品 2 | 0.3 | 1.6~4.2 | 4.6 | 0.02 | 0.04 |
| | 污泥实际样品 | 1.4 | 1~5 | 14 | 0.09 | 0.57 |
| | 污染土壤实际样品 | 1.7 | 0.6~1.6 | 7.0 | 0.06 | 0.33 |

附表 E.2 本方法精密度 (粉末压片法)

| 元素或氧化物 | 样品 | 六家实验室平均值 X_i (元素 mg/kg, 氧化物%) | 实验室内相对标准偏差 RSD(%) | 实验室间相对标准偏差 RSD(%) | 重复性限 r(元素 mg/kg, 氧化物%) | 再现性限 R(元素 mg/kg, 氧化物%) |
|--------|-------------------------|---------------------------------|-------------------|-------------------|------------------------|------------------------|
| 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 |
| | 煤灰实际样品 1 | 24 | 1.6~5.2 | 16 | 2 | 11 |
| | 煤灰实际样品 2 | 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 |
| 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 | 340 |
| | GSS-7 (土壤) | 168 | 2.6~6.7 | 18 | 22 | 88 |
| | 煤灰实际样品 1 | 1146 | 1.1~3.0 | 11 | 67 | 352 |
| | 污泥实际样品 | 848 | 0.6~3.8 | 22 | 41 | 524 |
| | 污染土壤实际样品 | 442 | 0.7~1.7 | 3.3 | 16 | 42 |
| 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 |
| | 煤灰实际样品 2 | 199 | 0~6.8 | 26 | 17 | 144 |
| | 污泥实际样品 | 396 | 0~6.0 | 9.6 | 45 | 113 |
| | 污染土壤实际样品 | 41 | 0~0.4 | 22 | 8 | 25 |
| 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 | 14 | 5 | 12 |
| | GSS-7 (土壤) | 98 | 0.5~3.3 | 7.8 | 4 | 22 |
| | 煤灰实际样品 1 | 25 | 1.6~6.5 | 12 | 3 | 9 |
| | 煤灰实际样品 2 | 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 |
| 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 |
| | GSS-7 (土壤) | 408 | 0.3~4.0 | 3.8 | 21 | 48 |
| | 煤灰实际样品 1 | 294 | 1.2~4.1 | 18 | 22 | 150 |
| | 煤灰实际样品 2 | 243 | 3~5.7 | 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 |
| Cu | GSB 07-3272-2016 (污染土壤) | 68 | 1~5.2 | 9.2 | 6 | 18 |
| | GSB 07-3273-2016 (烟尘) | 63 | 1~3.1 | 8.5 | 3 | 15 |
| | GSS-8 (土壤) | 104 | 0.7~3.9 | 3.9 | 5 | 12 |
| | 煤灰实际样品 1 | 78 | 1.7~3.8 | 5.9 | 5 | 14 |
| | 煤灰实际样品 2 | 99 | 7.3~11 | 5.9 | 28 | 30 |
| | 污泥实际样品 | 272 | 0.2~2.3 | 26 | 9 | 195 |
| | 污染土壤实际样品 | 29 | 0.8~4.7 | 15 | 3 | 12 |

| 元素或氧化物 | 样品 | 六家实验室平均值 Xi(元素 mg/kg, 氧化物%) | 实验室内相对标准偏差 RSD(%) | 实验室间相对标准偏差 RSD(%) | 重复性限 r(元素 mg/kg, 氧化物%) | 再现性限 R(元素 mg/kg, 氧化物%) |
|--------|-------------------------|-----------------------------|-------------------|-------------------|------------------------|------------------------|
| Mn | GSB 07-3272-2015 (污染土壤) | 2499 | 0.2~0.4 | 3.7 | 23 | 260 |
| | GSB 07-3273-2015 (烟尘) | 564 | 0.4~1.1 | 9.2 | 14 | 147 |
| | GSS-7 (土壤) | 1804 | 0.2~0.6 | 4.8 | 23 | 242 |
| | 煤灰实际样品 1 | 620 | 0.4~4.0 | 22 | 38 | 385 |
| | 煤灰实际样品 2 | 468 | 2.9~7.6 | 8.2 | 77 | 124 |
| | 污泥实际样品 | 2322 | 0.2~0.5 | 4.3 | 22 | 280 |
| | 污染土壤实际样品 | 675 | 0.5~4.4 | 4.7 | 39 | 95 |
| 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 |
| | 煤灰实际样品 1 | 98 | 0.9~3 | 3.3 | 6 | 10 |
| | 煤灰实际样品 2 | 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 | 1~7.7 | 12 | 4 | 10 |
| P | GSB 07-3272-2015 (污染土壤) | 956 | 0.5~1.2 | 4.9 | 23 | 134 |
| | GSB 07-3273-2015 (烟尘) | 1365 | 0.8~3.9 | 16 | 70 | 630 |
| | GSS-7 (土壤) | 1130 | 0.3~0.9 | 5.8 | 18 | 183 |
| | 煤灰实际样品 1 | 1014 | 0.9~3.6 | 19 | 61 | 543 |
| | 煤灰实际样品 2 | 2398 | 7~15.7 | 12 | 836 | 1131 |
| | 污泥实际样品 | 21228 | 0.2~0.3 | 5.4 | 129 | 3201 |
| | 污染土壤实际样品 | 575 | 0.7~1.3 | 3.9 | 18 | 64 |
| Pb | GSB 07-3272-2015 (污染土壤) | 927 | 0.1~4 | 7.5 | 64 | 202 |
| | 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 |
| | 煤灰实际样品 1 | 60 | 1.1~5.5 | 6.3 | 6 | 12 |
| | 煤灰实际样品 2 | 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 |
| S | GSB 07-3272-2015 (污染土壤) | 330 | 0.9~5.1 | 12 | 23 | 116 |
| | GSB 07-3273-2015 (烟尘) | 1710 | 0.8~1.7 | 16 | 59 | 755 |
| | GSS-7 (土壤) | 275 | 0.7~19 | 8.3 | 68 | 89 |
| | 煤灰实际样品 1 | 6279 | 1~3.3 | 16 | 401 | 2791 |
| | 煤灰实际样品 2 | 14205 | 8~10 | 11 | 3697 | 5381 |
| | 污泥实际样品 | 4039 | 0.2~3.1 | 14 | 211 | 1609 |
| | 污染土壤实际样品 | 368 | 0.9~20 | 13 | 94 | 161 |
| Sr | GSB 07-3272-2016 (污染土壤) | 33 | 1~4 | 4.8 | 2 | 5 |
| | GSB 07-3273-2016 (烟尘) | 1236 | 0.3~2.8 | 9.7 | 54 | 338 |
| | GSS-8 (土壤) | 29 | 0.5~4.6 | 7.0 | 2 | 6 |
| | 煤灰实际样品 1 | 754 | 0.9~4.6 | 3.1 | 56 | 79 |
| | 污泥实际样品 | 98 | 0.5~2.8 | 23 | 5 | 63 |
| | 污染土壤实际样品 | 58 | 0.4~4.1 | 10.0 | 4 | 16 |
| Ti | GSB 07-3272-2015 (污染土壤) | 4194 | 0.2~1.2 | 3.2 | 80 | 382 |

| 元素或氧化物 | 样品 | 六家实验室平均值 Xi(元素 mg/kg, 氧化物%) | 实验室内相对标准偏差 RSD(%) | 实验室间相对标准偏差 RSD(%) | 重复性限 r(元素 mg/kg, 氧化物%) | 再现性限 R(元素 mg/kg, 氧化物%) |
|--------------------------------|-------------------------|-----------------------------|-------------------|-------------------|------------------------|------------------------|
| | GSB 07-3273-2015 (烟尘) | 7146 | 0.5~0.9 | 9.0 | 149 | 1803 |
| | GSS-7 (土壤) | 20426 | 0.2~0.4 | 3.6 | 186 | 2052 |
| | 煤灰实际样品 1 | 5430 | 0.5~3.1 | 6.7 | 259 | 1049 |
| | 煤灰实际样品 2 | 6684 | 1.8~3.1 | 9.2 | 473 | 1775 |
| | 污泥实际样品 | 4613 | 0.1~0.8 | 5.0 | 62 | 649 |
| | 污染土壤实际样品 | 4612 | 0.6~1.5 | 5.8 | 125 | 751 |
| 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 |
| | 煤灰实际样品 1 | 156 | 1~3.3 | 6.7 | 10 | 30 |
| | 煤灰实际样品 2 | 196 | 4.6~18 | 3.0 | 56 | 45 |
| | 污泥实际样品 | 104 | 0.7~6.6 | 5.7 | 10 | 19 |
| Zn | 污染土壤实际样品 | 109 | 0.8~5.7 | 7.4 | 8 | 24 |
| | GSB 07-3272-2015 (污染土壤) | 503 | 0.2~4.3 | 6.9 | 36 | 103 |
| | 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 |
| | 煤灰实际样品 1 | 115 | 1.9~3.4 | 4.2 | 9 | 16 |
| | 污泥实际样品 | 677 | 0.3~2.1 | 24 | 23 | 461 |
| Zr | 污染土壤实际样品 | 493 | 0.2~3.7 | 9.5 | 29 | 133 |
| | 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 | 197 |
| | GSS-7 (土壤) | 337 | 0.3~1.4 | 3.2 | 9 | 32 |
| | 煤灰实际样品 1 | 323 | 1.2~3.6 | 5.6 | 20 | 54 |
| | 煤灰实际样品 2 | 364 | 5.5~9.5 | 4.3 | 82 | 87 |
| SiO ₂ | 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 |
| | GSB 07-3272-2015 (污染土壤) | 65.1 | 0.1~0.4 | 3.7 | 0.46 | 6.80 |
| | GSB 07-3273-2015 (烟尘) | 50.3 | 0.7~4.4 | 8.2 | 2.80 | 11.76 |
| | GSS-7 (土壤) | 36.0 | 0~0.4 | 7.0 | 0.24 | 7.10 |
| | 煤灰实际样品 1 | 61.0 | 0.9~2.6 | 7.9 | 2.57 | 13.62 |
| Al ₂ O ₃ | 煤灰实际样品 2 | 52.2 | 0.7~2.9 | 4.5 | 2.42 | 6.92 |
| | 污泥实际样品 | 45.6 | 0.1~0.5 | 11 | 0.35 | 14.60 |
| | 污染土壤实际样品 | 63.3 | 0.1~0.6 | 4.4 | 0.55 | 7.78 |
| | GSB 07-3272-2016 (污染土壤) | 13.9 | 0.2~0.8 | 4.8 | 0.25 | 1.88 |
| | GSB 07-3273-2016 (烟尘) | 31.3 | 0.5~1.5 | 4.9 | 0.87 | 4.38 |
| | GSS-8 (土壤) | 27.8 | 0.1~0.8 | 5.2 | 0.34 | 4.05 |
| | 煤灰实际样品 1 | 24.0 | 0.6~3.2 | 11 | 1.22 | 7.79 |
| Fe ₂ O ₃ | 煤灰实际样品 2 | 24.9 | 0.8~4.7 | 7.4 | 1.99 | 5.43 |
| | 污泥实际样品 | 15.5 | 0.1~0.5 | 5.1 | 0.15 | 2.24 |
| Fe ₂ O ₃ | 污染土壤实际样品 | 14.6 | 0.5~0.8 | 4.4 | 0.27 | 1.82 |
| | GSB 07-3272-2015 (污染土壤) | 6.8 | 0.1~0.4 | 1.6 | 0.05 | 0.30 |

| 元素或氧化物 | 样品 | 六家实验室平均值 X_i (元素 mg/kg, 氧化物%) | 实验室内相对标准偏差 RSD(%) | 实验室间相对标准偏差 RSD(%) | 重复性限 r (元素 mg/kg, 氧化物%) | 再现性限 R (元素 mg/kg, 氧化物%) |
|-------------------|-------------------------|---------------------------------|-------------------|-------------------|-------------------------|-------------------------|
| | GSB 07-3273-2015 (烟尘) | 4.6 | 0.4~4.2 | 8.2 | 0.23 | 1.07 |
| | GSS-7 (土壤) | 18.9 | 0.1~0.3 | 4.5 | 0.12 | 2.39 |
| | 煤灰实际样品 1 | 5.2 | 0.3~2.8 | 6.1 | 0.21 | 0.91 |
| | 煤灰实际样品 2 | 7.4 | 5.7~12 | 7.1 | 2.04 | 2.38 |
| | 污泥实际样品 | 6.9 | 0.1~0.4 | 5.8 | 0.05 | 1.11 |
| | 污染土壤实际样品 | 5.0 | 0.2~0.4 | 2.4 | 0.03 | 0.33 |
| K ₂ O | 煤灰实际样品 1 | 2.0 | 0.2~0.5 | 2.4 | 0.02 | 0.13 |
| | 煤灰实际样品 2 | 1.0 | 0.6~1.2 | 7.7 | 0.03 | 0.22 |
| | 污染土壤实际样品 | 2.6 | 0.6~3.0 | 6.2 | 0.12 | 0.47 |
| | GSD-16 (沉积物) | 1.6 | 2.8~4.1 | 4.3 | 0.16 | 0.25 |
| | 煤灰实际样品 2 | 1.6 | 0~0.5 | 4.1 | 0.01 | 0.19 |
| | GSB 07-3273-2015 (烟尘) | 2.4 | 0.3~0.7 | 3.5 | 0.04 | 0.24 |
| Na ₂ O | GSB 07-3273-2015 (烟尘) | 0.6 | 1.2~2.4 | 18 | 0.03 | 0.31 |
| | ZBK403 (炉渣) | 0.9 | 0.8~3 | 11 | 0.04 | 0.30 |
| | GFe-8 (铁矿石) | 1.3 | 0.8~3.5 | 5.1 | 0.39 | 0.40 |
| | 煤灰实际样品 2 | 0.7 | 0.4~2.4 | 11 | 0.03 | 0.23 |
| CaO | GSB 07-3272-2015 (污染土壤) | 0.4 | 0.5~1.6 | 5.2 | 0.01 | 0.06 |
| | GSB 07-3273-2015 (烟尘) | 5.9 | 0.3~1.2 | 4.7 | 0.11 | 0.78 |
| | GSD-16 (沉积物) | 0.2 | 0~3.3 | 14 | 0.01 | 0.08 |
| | ZBK403 (炉渣) | 4.0 | 0.6~3.9 | 5.8 | 0.21 | 0.67 |
| | GFe-8 (铁矿石) | 5.1 | 4.7~7.4 | 2.5 | 0.88 | 0.88 |
| | 煤灰实际样品 1 | 2.3 | 0.2~0.5 | 3.8 | 0.02 | 0.24 |
| | 煤灰实际样品 2 | 1.0 | 0.4~1.1 | 2.3 | 0.02 | 0.07 |
| MgO | GSB 07-3272-2015 (污染土壤) | 2.7 | 0.3~1.2 | 5.3 | 0.06 | 0.40 |
| | GSB 07-3273-2015 (烟尘) | 0.8 | 0.4~1.2 | 7.8 | 0.02 | 0.18 |
| | GSS-7 (土壤) | 0.2 | 0~2.5 | 18 | 0.01 | 0.12 |
| | 煤灰样品 1 | 1.1 | 0.7~2.4 | 13 | 0.04 | 0.40 |
| | 煤灰样品 2 | 1.5 | 0.1~6 | 6.4 | 0.26 | 0.36 |
| | 污泥实际样品 | 0.8 | 0.2~1.1 | 9.8 | 0.02 | 0.22 |
| | 土壤实际样品 | 2.3 | 0.6~1.9 | 7.9 | 0.07 | 0.51 |

附表 E.3 本方法准确度 (熔融玻璃片法)

| 元素或氧化物 | 样品 | 六家实验室平均值 Xi (元素 mg/kg, 氧化物%) | 相对误差均值 RE (%) | 相对误差最终值 (%) |
|--------------------------------|-------------------------|---------------------------------|---------------|-------------|
| As | GSB 07-3272-2015 (污染土壤) | 296 | -0.48 | -0.5±11.9 |
| Ba | GSB 07-3272-2015 (污染土壤) | 316 | -3.2 | -3.2±11.2 |
| | GSD-16 (沉积物) | 579 | -3.5 | -3.5±7.3 |
| Co | GSB 07-3272-2015 (污染土壤) | 12.3 | 9.8 | 9.8±18.1 |
| | GSB 07-3273-2015 (烟尘) | 24.0 | -7.8 | -7.8±15.5 |
| Cr | GSB 07-3272-2015 (污染土壤) | 63.2 | -0.59 | -0.6±5.7 |
| | GSB 07-3273-2015 (烟尘) | 66.8 | -1.7 | -1.7±12.2 |
| | GSD-16 (沉积物) | 22.1 | 5.2 | 5.2±11.5 |
| Cu | GSB 07-3272-2015 (污染土壤) | 71.0 | -1.1 | -1.1±6.9 |
| | GSB 07-3273-2015 (烟尘) | 67.1 | 3.1 | 3.1±12 |
| Mn | GSB 07-3272-2015 (污染土壤) | 2439 | -0.86 | -0.9±8.3 |
| | GSB 07-3273-2015 (烟尘) | 563 | -3.5 | -3.5±6.4 |
| | GSD-16 (沉积物) | 291 | 0.38 | 0.4±13.8 |
| | GFe-8 (铁矿石) | 752 | 4.5 | 4.5±15.1 |
| Ni | GSB 07-3272-2015 (污染土壤) | 28.4 | -4.4 | -4.4±16.8 |
| | GSB 07-3273-2015 (烟尘) | 44.1 | 4.0 | 4±20.7 |
| P | GSD-16 (沉积物) | 312 | -6.8 | -6.8±6.4 |
| | GFe-8 (铁矿石) | 108 | -9.6 | -9.6±8.1 |
| Pb | GSB 07-3272-2015 (污染土壤) | 954 | -2.1 | -2.1±8.8 |
| | GSB 07-3273-2015 (烟尘) | 130 | 3.0 | 3±21.3 |
| | GSD-16 (沉积物) | 32.4 | 4.6 | 4.6±14.3 |
| S | GSD-16 (沉积物) | 85.5 | -1.7 | -1.7±38.1 |
| Sr | GSD-16 (沉积物) | 259 | 2.4 | 2.4±13.5 |
| Ti | GSB 07-3272-2015 (污染土壤) | 4050 | 2.0 | 2±7.8 |
| | GSD-16 (沉积物) | 1480 | 1.4 | 1.4±13.5 |
| | GFe-8 (铁矿石) | 594 | -1.1 | -1.1±3 |
| V | GSB 07-3272-2015 (污染土壤) | 91.4 | 4.2 | 4.2±8.6 |
| | GSB 07-3273-2015 (烟尘) | 134 | -5.3 | -5.3±12.3 |
| | GSD-16 (沉积物) | 35.1 | 13 | 13.2±12.9 |
| Zn | GSB 07-3272-2015 (污染土壤) | 523 | 0.07 | 0.1±6.5 |
| | GSB 07-3273-2015 (烟尘) | 145 | 3.0 | 3±12.5 |
| | GSD-16 (沉积物) | 25.5 | -5.7 | -5.7±17.8 |
| Zr | GSD-16 (沉积物) | 76.7 | 8.1 | 8.1±8.3 |
| SiO ₂ | GSD-16 (沉积物) | 72.5 | -2.5 | -2.5±10.7 |
| | GFe-8 (铁矿石) | 7.95 | -1.5 | -1.5±11.9 |
| Al ₂ O ₃ | GSB 07-3272-2015 (污染土壤) | 13.6 | 0.15 | 0.1±4.2 |
| | GSB 07-3273-2015 (烟尘) | 29.4 | -6.7 | -6.7±10.5 |
| | GSD-16 (沉积物) | 11.6 | -0.63 | -0.6±3.6 |
| | GFe-8 (铁矿石) | 1.05 | -2.7 | -2.7±15.4 |
| Fe ₂ O ₃ | GSB 07-3272-2015 (污染土壤) | 6.71 | -0.67 | -0.7±4.6 |
| | GSB 07-3273-2015 (烟尘) | 4.40 | 0.5 | 0.5±7.3 |
| | GSD-16 (沉积物) | 1.84 | 2.3 | 2.3±5.6 |
| | GFe-8 (铁矿石) | 94.5 | 2.4 | 2.4±6.5 |
| K ₂ O | GSD-16 (沉积物) | 2.96 | 0 | 0±3 |

| 元素或氧化物 | 样品 | 六家实验室平均值 Xi (元素 mg/kg, 氧化物%) | 相对误差均值 RE (%) | 相对误差最终值 (%) |
|-------------------|--------------|---------------------------------|---------------|-------------|
| | GFe-8 (铁矿石) | 0.048 | 5.1 | 5.1±34.3 |
| Na ₂ O | GSD-16 (沉积物) | 3.24 | 14 | 13.6±27.2 |
| | GSD-16 (沉积物) | 2.74 | -3.8 | -3.8±9.2 |
| | GFe-8 (铁矿石) | 0.262 | 9.5 | 9.5±23.2 |
| MgO | GSD-16 (沉积物) | 0.730 | 2.7 | 2.7±7.8 |
| | GFe-8 (铁矿石) | 0.305 | 2.0 | 2±10.1 |

附表 E.4 本方法准确度 (粉末压片法)

| 元素和氧化物 | 样品 | 六家实验室平均值 Xi(mg/kg) | 相对误差均值 RE (%) | 相对误差最终值 (%) |
|--------|-------------------------|--------------------|---------------|-------------|
| As | GSB 07-3272-2015 (污染土壤) | 293 | -1.5 | -1.5±11 |
| | GSS-7 (土壤) | 4.27 | -11 | -10.9±17.2 |
| Ba | GSB 07-3272-2015 (污染土壤) | 348 | 6.8 | 6.8±9.0 |
| | GSS-7 (土壤) | 169 | -6.2 | -6.2±4.8 |
| Cl | GSS-7 (土壤) | 101 | 1.3 | 1.3±4.1 |
| Co | GSB 07-3272-2015 (污染土壤) | 12.5 | 6.9 | 6.9±27.2 |
| | GSS-7 (土壤) | 97.7 | 0.77 | 0.8±15.7 |
| | GSB 07-3273-2015 (烟尘) | 29.1 | 5.3 | 5.3±30.7 |
| Cr | GSB 07-3272-2015 (污染土壤) | 65.9 | 3.6 | 3.6±19.2 |
| | GSB 07-3273-2015 (烟尘) | 66.0 | -2.8 | -2.8±9.4 |
| | GSS-7 (土壤) | 408 | -0.40 | -0.4±7.6 |
| Cu | GSB 07-3273-2015 (烟尘) | 63.3 | -2.8 | -2.8±17.5 |
| | GSS-7 (土壤) | 104 | 6.9 | 6.9±8.3 |
| | GSB 07-3272-2015 (污染土壤) | 68.0 | -5.3 | -5.3±17.5 |
| Mn | GSB 07-3272-2015 (污染土壤) | 2499 | 1.6 | 1.6±7.5 |
| | GSB 07-3273-2015 (烟尘) | 582 | -0.36 | -0.4±13.8 |
| | GSS-7 (土壤) | 1804 | 1.2 | 1.2±9.7 |
| Ni | GSS-7 (土壤) | 280 | 1.4 | 1.4±6.5 |
| | GSB 07-3272-2015 (污染土壤) | 27.9 | -6.1 | -6.1±16 |
| | GSB 07-3273-2015 (烟尘) | 42.5 | 0.16 | 0.2±19.8 |
| P | GSS-7 (土壤) | 1130 | -1.8 | -1.8±11.3 |
| Pb | GSB 07-3272-2015 (污染土壤) | 927 | -4.9 | -4.9±14.2 |
| | GSB 07-3273-2015 (烟尘) | 125 | -0.44 | -0.4±18.6 |
| | GSS-7 (土壤) | 14.4 | 2.9 | 2.9±7.7 |
| S | GSS-7 (土壤) | 275 | 10 | 10±18.2 |
| Sr | GSS-7 (土壤) | 28.8 | 11 | 10.8±16 |
| Ti | GSB 07-3272-2015 (污染土壤) | 4194 | 5.6 | 5.6±6.8 |
| | GSS-7 (土壤) | 20426 | 1.1 | 1.1±7.2 |
| V | GSB 07-3272-2015 (污染土壤) | 91.0 | 3.8 | 3.8±13.6 |
| | GSB 07-3273-2015 (烟尘) | 131 | -7.6 | -7.6±13.6 |
| | GSS-7 (土壤) | 248 | 1.1 | 1.1±9.3 |

| | | | | |
|--------------------------------|-------------------------|-------|-------|-----------|
| Zn | GSB 07-3272-2015 (污染土壤) | 503 | -3.8 | -3.8±13.3 |
| | GSB 07-3273-2015 (烟尘) | 141 | -0.01 | 0±17.5 |
| | GSS-7 (土壤) | 152 | 6.8 | 6.8±5.8 |
| Zr | GSS-7 (土壤) | 337 | 6.1 | 6.1±6.9 |
| SiO ₂ | GSS-7 (土壤) | 36.0 | 10 | 10.2±15.5 |
| Al ₂ O ₃ | GSB 07-3272-2015 (污染土壤) | 13.9 | 2.5 | 2.5±9.8 |
| | GSB 07-3273-2015 (烟尘) | 31.5 | -0.23 | -0.2±10.6 |
| | GSS-7 (土壤) | 27.8 | -5.1 | -5.1±9.8 |
| Fe ₂ O ₃ | GSB 07-3272-2015 (污染土壤) | 6.84 | 1.1 | 1.1±3.2 |
| | GSB 07-3273-2015 (烟尘) | 4.54 | 3.5 | 3.5±16.2 |
| | GSS-7 (土壤) | 18.9 | 0.72 | 0.7±9.1 |
| K ₂ O | GSS-7 (土壤) | 0.200 | -0.25 | -0.2±27.1 |
| MgO | GSS-7 (土壤) | 0.260 | 0.18 | 0.2±12.3 |