ICS 13.080.10
CCS Z 10

HJ

中华人民共和国国家生态环境标准

HJ 1491—2026

土壤和沉积物　铜、铅、铬、镉、镍元素总量的测定　石墨炉原子吸收分光光度法

Soil and sediment—Determination of copper, lead, chromium, cadmium and nickel—Graphite furnace atomic absorption spectrophotometry

本电子版为正式标准文件，由生态环境部环境标准研究所审校排版。

2026-08-12 发布　　2027-01-01 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 1
5　试剂和材料 2
6　仪器和设备 3
7　样品 3
8　分析步骤 4
9　结果计算与表示 5
10　准确度 6
11　质量保证和质量控制 7
12　注意事项 7
附录A（规范性附录）　方法的检出限和测定下限 8
附录B（资料性附录）　方法的准确度 9

前　言

为贯彻《中华人民共和国生态环境法典》《生态环境监测条例》等法律法规的规定，防治生态环境污染，改善生态环境质量，规范土壤和沉积物中铜、铅、铬、镉和镍元素总量的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定土壤和沉积物中铜、铅、铬、镉和镍元素总量的石墨炉原子吸收分光光度法。

本标准与《土壤质量　铅、镉的测定　石墨炉原子吸收分光光度法》（GB/T 17141—1997）相比，主要差异如下：

——修订了适用范围，增加了铜、铬和镍 3 种金属元素，增加了沉积物；

——修订了试剂和材料、仪器和设备、样品采集、样品运输和保存、试样制备和分析步骤；

——增加了微波消解前处理方法；

——增加了干扰和消除；

——补充完善了各元素方法检出限和测定下限；

——补充完善了质量保证和质量控制。

自本标准实施之日起，《土壤质量　铅、镉的测定　石墨炉原子吸收分光光度法》（GB/T 17141—1997）在相应的生态环境质量监测和污染物排放监测中停止执行。

本标准的附录 A 为规范性附录，附录 B 为资料性附录。

本标准由生态环境部生态环境监测司、法规与标准司组织修订。

本标准主要起草单位：中国环境监测总站、北京市生态环境监测中心、云南省生态环境监测中心和天津市生态环境监测中心。

本标准验证单位：湖北省生态环境监测中心站、湖南省生态环境监测中心、江西省生态环境监测中心、辽宁省生态环境监测中心、宁夏回族自治区生态环境监测中心、青海省生态环境监测中心和天津华勘检验测试有限公司。

本标准生态环境部 2026年8月12日批准。

本标准自 2027年1月1日起实施。

本标准由生态环境部解释。

土壤和沉积物　铜、铅、铬、镉、镍元素总量的测定 石墨炉原子吸收分光光度法

警告：实验中所使用的高氯酸、硝酸和硫酸具有腐蚀性和强氧化性，盐酸和氢氟酸具有强挥发性和腐蚀性，溶液配制及样品前处理过程应在通风橱内操作；操作时应按要求佩戴防护器具，避免吸入呼吸道或接触皮肤和衣物。

1　适用范围

本标准规定了测定土壤和沉积物中铜、铅、铬、镉和镍元素总量的石墨炉原子吸收分光光度法。

本标准适用于土壤和沉积物中铜、铅、铬、镉和镍元素总量的测定。

当取样量为 0.25 g，消解后定容体积为 50 mL 时，5 种金属元素的方法检出限为 0.02 mg/kg～0.5 mg/kg，测定下限为 0.08 mg/kg～2.0 mg/kg，详见附录 A。

2　规范性引用文件

本标准引用了下列文件或其中的条款。凡是注明日期的引用标准，仅注日期的版本适用于本标准。凡是未注日期的引用标准，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。其他文件被新文件废止、修改、修订的，新文件适用于本标准。

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 32722　土壤质量　土壤样品长期和短期保存指南

HJ 166　土壤环境监测技术规范

HJ 442.4　近岸海域环境监测技术规范　第四部分　近岸海域沉积物监测

HJ 494　水质　采样技术指导

HJ 613　土壤　干物质和水分的测定　重量法

HJ/T 91　地表水和污水监测技术规范

3　方法原理

土壤或沉积物样品经酸消解后，注入石墨炉原子化器中，经过干燥、灰化和原子化，铜、铅、铬、镉和镍及其化合物形成基态原子，并对相应元素空心阴极灯或其他光源发射的特征谱线产生选择性吸收，其吸收强度在一定范围内与待测元素浓度成正比。

4　干扰和消除

钾、钠、钙和镁的质量浓度高于 500 mg/L 对镉的测定产生正干扰；钙的质量浓度高于 100 mg/L 对铬的测定产生正干扰；氯离子的质量浓度高于 2 000 mg/L 对铜、铅的测定产生负干扰，对镉、镍的测定产生正干扰；氯离子的质量浓度低于 15 000 mg/L 对铬的测定不产生干扰。可采用背景扣除（如塞曼

效应扣除背景）、加入基体改进剂（如磷酸氢二铵）、样品稀释法或标准加入法等手段消除或降低干扰。

5 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的优级纯试剂。实验用水为新制备的不含目标元素的纯水。

5.1 盐酸（HCl）：ρ=1.18 g/mL，w∈[36.0%，38.0%]。

5.2 硝酸（HNO_3）：ρ=1.4 g/mL，w∈[65.0%，68.0%]。

5.3 氢氟酸（HF）：w≥40.0%。

5.4 高氯酸（$HClO_4$）：w∈[70.0%，72.0%]。

5.5 硫酸（H_2SO_4）：w∈[95.0%，98.0%]。

5.6 金属铜：光谱纯。

5.7 金属铅：光谱纯。

5.8 重铬酸钾（$K_2Cr_2O_7$）：基准试剂，130℃下干燥 24 h。

5.9 金属镉：光谱纯。

5.10 金属镍：光谱纯。

5.11 磷酸氢二铵[$(NH_4)_2HPO_4$]。

5.12 **硝酸溶液** I：硝酸（5.2）和水以 1:3 的体积比混合。

5.13 硝酸溶液 II：硝酸（5.2）和水以 1:99 的体积比混合。

5.14 磷酸氢二铵溶液：ρ($(NH_4)_2HPO_4$)=50 g/L。

称取 5 g 磷酸氢二铵（5.11）用水稀释至 100 mL。也可使用市售有证标准物质。

5.15 铜标准贮备液：ρ(Cu)=1 000 mg/L。

称取 1 g（精确到 0.1 mg）金属铜（5.6），溶解在 40 mL 硝酸溶**液** I （5.12）中，再加入 100 mL 水，加热至氮氧化物排尽，冷却后，用水定容至 1 L。贮备液配制后在密封的聚乙烯或聚丙烯瓶中保存，4℃以下冷藏可保存 2 a。也可使用市售有证标准物质。

5.16 铅标准贮备液：ρ(Pb)=1 000 mg/L。

称取 1 g（精确到 0.1 mg）金属铅（5.7），溶解在 40 mL 硝酸溶**液** I （5.12）中，再加入 100 mL 水，加热至氮氧化物排尽，冷却后，用水定容至 1 L。贮备液配制后在密封的聚乙烯或聚丙烯瓶中保存，4℃以下冷藏可保存 2 a。也可使用市售有证标准物质。

5.17 铬标准贮备液：ρ(Cr)=1 000 mg/L。

称取 2.829 g（精确到 0.1 mg）重铬酸钾（5.8），溶解在 40 mL 水中，加入 5 mL 硫酸（5.5），冷却后，用水定容至 1 L。贮备液配制后在密封的聚乙烯或聚丙烯瓶中保存，4℃以下冷藏可保存 2 a。也可使用市售有证标准物质。

5.18 镉标准贮备液：ρ(Cd)=1 000 mg/L。

称取 1 g（精确到 0.1 mg）金属镉（5.9），溶解在 40 mL 硝酸溶**液** I （5.12）中，再加入 100 mL 水，加热至氮氧化物排尽，冷却后，用水定容至 1 L。贮备液配制后在密封的聚乙烯或聚丙烯瓶中保存，4℃以下冷藏可保存 2 a。也可使用市售有证标准物质。

5.19 镍标准贮备液：ρ(Ni)=1 000 mg/L。

称取 1 g（精确到 0.1 mg）金属镍（5.10），溶解在 10 mL 盐酸（5.1）和 10 mL 硝酸溶**液** I （5.12）中，再加入 100 mL 水，加热至氮氧化物排尽，冷却后，用水定容至 1 L。贮备液配制后在密封的聚乙烯或聚丙烯瓶中保存，4℃以下冷藏可保存 2 a。也可使用市售有证标准物质。

5.20 单元素标准使用液：用硝酸溶液 II （5.13）逐级稀释铜、铅、铬、镉和镍标准贮备液（5.15、5.16、5.17 和 5.18、5.19）分别配制成目标浓度（铜 100.0 μg/L、铅 100.0 μg/L、铬 100.0 μg/L、镉 10.00 μg/L

和镍 100.0 μg/L）的使用液。使用液配制后在密封的聚乙烯或聚丙烯瓶中保存，临用现配。

5.21 氩气：纯度≥99.99%。

5.22 滤膜：水系微孔滤膜，孔径 0.45 μm。

6 仪器和设备

6.1 石墨炉原子吸收分光光度计：具有背景校正功能。

6.2 光源：铜、铅、铬、镉和镍元素的空心阴极灯或连续光源。

6.3 石墨管：热解涂层石墨管。

6.4 电热板或石墨消解仪：具有温控功能，最高温度不低于 200℃，温控精度±5℃。

6.5 微波消解装置：由具有温度控制（温控精度±5℃）和程序升温功能的微波消解仪、聚四氟乙烯或同级材质的微波消解罐和旋转盘等组成。

6.6 坩埚：聚四氟乙烯材质，50 mL，带盖。

6.7 分析天平：分度值为 0.1 mg。

6.8 一般实验室常用仪器和设备。

7 样品

7.1 样品采集与保存

土壤样品按照 GB/T 32722 和 HJ 166 的相关规定采集和保存，沉积物样品按照 GB 17378.3、HJ/T 91、HJ 442.4 和 HJ 494 的相关规定采集和保存。

7.2 样品制备

除去样品中的异物（枝棒、叶片、石子等），分别按照 HJ 166 和 GB 17378.5 的相关要求制备土壤及沉积物样品。土壤样品一份用于测定干物质含量，另一份用于制备试样；沉积物样品一份用于测定含水率，另一份用于制备试样。

7.3 样品干物质含量和含水率的测定

按照 HJ 613 测定土壤样品（7.2）的干物质含量，按照 GB 17378.5 测定沉积物样品（7.2）的含水率。

7.4 试样的制备

7.4.1 微波消解法

准确称取 0.1 g～0.5 g（精确至 0.1 mg）样品（7.2）置于消解罐（6.5）中。用少量实验用水润湿后，加入 9 mL 硝酸（5.2）、3 mL 盐酸（5.1）和 2 mL 氢氟酸（5.3），充分混匀、反应平稳后，加盖拧紧，将消解罐装入微波消解仪（6.5）中。参照表 1 的升温程序进行微波消解，消解结束后冷却至室温。从微波消解仪（6.5）中取出消解罐，在通风橱中缓缓泄压放气，打开消解罐，将消解罐内的内容物全部转移至坩埚（6.6）中，用少许实验用水洗涤消解罐及盖子，一并转移至坩埚中。将坩埚置于电热板（6.4）上，160℃～180℃加热，为达到良好的飞硅效果应经常摇动坩埚。蒸发至 2 mL～3 mL 时，取下坩埚，冷却至室温。加入 1 mL 高氯酸（5.4），160℃～180℃继续加热至白烟几乎冒尽，内容物呈粘稠状或不流动的液珠状。若坩埚内有黑色物质存在，可再补加 2 mL 硝酸（5.2）和 0.5 mL 高氯酸（5.4），重复上

述消解过程至黑色物质全部消解。当白烟再次基本冒尽且内容物呈粘稠状或不流动的液珠状时，取下坩埚稍冷，用硝酸溶液 II （5.13）冲洗坩埚内壁，温热溶解残渣，冷却后全量转入 50 mL 容量瓶中。用硝酸溶液II（5.13）定容至标线，摇匀，静置取上清液待测或经滤膜（5.22）过滤后待测。可保存于聚乙烯瓶中，于 28 d 内完成分析。

注：采用微波消解法前处理时，有机质含量较高的样品应适当减少称样量，避免消解过程罐内压力骤升，保障消解操作安全。

表 1　微波消解参考升温程序

步骤	升温时间（min）	消解温度（℃）	保持时间（min）
1	7	室温→120	3
2	5	120→160	3
3	5	160→180	25

7.4.2　电热板消解法

准确称取 0.1 g～0.5 g（精确至 0.1 mg）样品（7.2）于坩埚（6.6）中，用少量实验用水润湿后，加入 9 mL 硝酸(5.2)和 3 mL 盐酸(5.1)，于通风橱内的电热板上 120℃加热使样品初步消解。蒸发至 2 mL～3 mL 时，取下稍冷，加入 5 mL 硝酸（5.2）、2 mL 氢氟酸（5.3）和 2 mL 高氯酸（5.4），于 160℃加盖消解 1 h 后，开盖赶酸。继续加热（160℃～180℃）飞硅，为达到良好的飞硅效果应经常摇动坩埚。若坩埚内有黑色物存在，可再补加 2 mL 硝酸（5.2）、0.5 mL 高氯酸（5.4），重复上述消解过程至黑色物质全部消解。当白烟再次基本冒尽且内容物呈粘稠状或不流动的液珠状时，取下坩埚稍冷，用硝酸溶液 II（5.13）冲洗坩埚内壁，温热溶解残渣，冷却后全量转入 50 mL 容量瓶中。用硝酸溶液 II （5.13）定容至标线，摇匀，静置取上清液待测或经滤膜（5.22）过滤后待测。可保存于聚乙烯瓶中，于 28 d 内完成分析。

注 1：石墨消解仪消解方法可以参考电热板消解法。在满足本方法原理和质量控制要求的前提下，经验证后可使用其他自动或手动消解方法。

注 2：土壤和沉积物样品种类复杂，基体差异较大，在消解时各种酸的用量、消解温度和时间可视消解情况酌情增减。

7.5　空白试样的制备

不称取样品，按照与试样的制备（7.4）相同的步骤制备空白试样。

8　分析步骤

8.1　仪器参考测量条件

不同型号原子吸收分光光度计的最佳工作条件不同，应按照仪器使用说明书进行操作，仪器参考测量条件见表 2。

表 2　仪器参考测量条件

元素	铜	铅	铬	镉	镍
测定波长（nm）	324.7	283.3	357.9	228.8	232.0
灯电流（mA）	4.0	5.0	5.0	8.0	4.0
通带宽度（nm）	0.7	0.7	0.7	0.7	0.2
干燥温度（℃）/保持时间（s）	110/30 130/30	110/30 130/30	110/30 130/30	110/30 130/30	110/30 130/30

续表

元素	铜	铅	铬	镉	镍
灰化温度（℃）/保持时间（s）	1 100/20	800/23	1 500/25	500/20	1 200/20
原子化温度（℃）/保持时间（s）	2 000/5	1 600/6	2 300/5	1 500/4	2 400/5
除残温度（℃）/保持时间（s）	2 450/3	2 450/3	2 450/3	2 450/3	2 450/3
原子化阶段是否停气	是	是	是	是	是
氩气流速（mL/min）	250	250	250	250	250
进样量（μL）	20	20	20	20	20
是否有必要加入基体改进剂	是	是	否	是	否
基体改进剂加入量（μL）*	5	5	/	5	/
背景校正方式	塞曼	塞曼	塞曼	塞曼	塞曼
注：*基体改进剂种类较多，如硝酸钯、磷酸二氢铵和磷酸氢二铵等。本表中仅列举磷酸氢二铵（5.14）的加入量，实验人员也可以根据仪器条件和样品特征选择其他有效的基体改进剂。					

8.2 标准曲线的建立

分别准确移取铜、铅和镍标准使用液（5.20）0.00 mL、2.50 mL、5.00 mL、10.0 mL、15.0 mL、20.0 mL置于一组 50 mL 容量瓶中，用硝酸溶液 II （5.13）定容并摇匀。分别配制成质量浓度为 0.0 μg/L、5.0 μg/L、10.0 μg/L、20.0 μg/L、30.0 μg/L、40.0 μg/L 的铜、铅和镍的标准系列。

准确移取铬标准使用液（5.20）0.00 mL、1.00 mL、3.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.0 mL、12.5 mL置于一组 50 mL 容量瓶中，用硝酸溶液 II （5.13）定容并摇匀。配制成质量浓度为 0.0 μg/L、2.0 μg/L、6.0 μg/L、12.0 μg/L、16.0 μg/L、20.0 μg/L、25.0 μg/L 的铬的标准系列。

准确移取镉标准使用液（5.20）0.00 mL、1.50 mL、3.00 mL、5.00 mL、7.50 mL、10.0 mL 置于一组 50 mL 容量瓶中，用硝酸溶液 II （5.13）定容并摇匀。配制成质量浓度为 0 μg/L、0.30 μg/L、0.60 μg/L、1.00 μg/L、1.50 μg/L、2.00 μg/L 的镉的标准系列。

按照仪器测量条件（8.1），由低到高浓度顺次向石墨管内加入 20 μL 标准溶液和 5 μL 基体改进剂（5.14）（铬和镍无需加入基体改进剂），测量吸光度。也可以将标准溶液与基体改进剂直接加入自动进样仪器，由仪器完成自动加样。以待测元素的质量浓度为横坐标，对应的吸光度值为纵坐标，建立铜、铅、铬、镉和镍的标准曲线。

注：可根据仪器灵敏度和试样的浓度范围配制成其他浓度水平的标准曲线系列。

8.3 试样测定

按照与标准曲线的建立（8.2）相同的仪器测量条件（8.1）测定试样（7.4）。若试样中待测元素浓度超出标准曲线范围，可用硝酸溶液 II （5.13）适当稀释后重新测定。

8.4 空白试样测定

按照与试样测定（8.3）相同的仪器条件（8.1）测定空白试样（7.5）。

9 结果计算与表示

9.1 结果计算

9.1.1 土壤样品的结果计算

土壤中铜、铅、铬、镉和镍总量的质量分数按照公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{(\rho \times f - \rho_0) \times V}{m \times w_{dm}} \times 10^{-3} \quad (1)$$

式中：w_1 ——土壤中待测元素总量的质量分数，mg/kg；

ρ ——由标准曲线查得试样中待测元素的质量浓度，μg/L；

f ——试样的稀释倍数；

ρ_0 ——空白试样中待测元素的质量浓度，μg/L；

V ——消解后试样的定容体积，mL；

m ——称取土壤样品的质量，g；

w_{dm} ——土壤样品干物质含量，%。

9.1.2 沉积物样品的结果计算

沉积物中铜、铅、铬、镉和镍总量的质量分数按照公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{(\rho \times f - \rho_0) \times V}{m \times (1 - w_{H_2O})} \times 10^{-3} \quad (2)$$

式中：w_2 ——沉积物中待测元素总量的质量分数，mg/kg；

ρ ——由标准曲线查得试样中待测元素的质量浓度，μg/L；

f ——试样的稀释倍数；

ρ_0 ——空白试样中待测元素的质量浓度，μg/L；

V ——消解后试样的定容体积，mL；

m ——称取沉积物样品的质量，g；

w_{H_2O} ——沉积物样品含水率，%。

9.2 结果的表示

测定结果小数点后位数与方法检出限一致，最多保留 3 位有效数字。

10 准确度

10.1 精密度

七家实验室分别对 4 种土壤有证标准物质和 4 种沉积物有证标准物质重复测定 6 次，其中六家实验室分别对 5 种实际样品重复测定 6 次：采用微波消解法时，实验室内相对标准偏差为 0.42%～17%，实验室间相对标准偏差为 1.1%～23%，重复性限为 0.01 mg/kg～66 mg/kg，再现性限为 0.02 mg/kg～72 mg/kg；采用电热板消解法时，实验室内相对标准偏差为 0.050%～16%，实验室间相对标准偏差为 1.8%～30%，重复性限为 0.02 mg/kg～30 mg/kg，再现性限为 0.03 mg/kg～48 mg/kg。

精密度数据参见附录 B 中表 B.1 和表 B.2。

10.2 正确度

七家实验室分别对 4 种土壤有证标准物质和 4 种沉积物有证标准物质重复测定 6 次：采用微波消解法时，相对误差范围为-22%～19%，相对误差最终值范围为-24%～25%；采用电热板消解法时，相对误差范围为-24%～25%，相对误差最终值范围为-25%～31%。

正确度数据参见附录 B 中的表B.3 和表 B.4。

11 质量保证和质量控制

11.1 每 20 个或每批次样品（少于 20 个）至少分析 2 个空白试样（7.5），各元素测定结果均应低于测定下限。

11.2 每次分析应建立标准曲线，标准曲线至少包含6个浓度点（含零点），其相关系数应≥0.995。

11.3 连续分析测试时，每 20 个或每批次样品（少于 20 个）分析结束后，需进行 1 次标准系列中间浓度点核查，中间浓度点测定值与标准值的相对误差应控制在±10%以内。否则，应重新绘制校准曲线。

11.4 每 20 个或每批次样品（少于 20 个）应分析 1 个实验室平行样，平行样测定结果相对偏差应在±25%以内。

11.5 每 20 个或每批次样品（少于 20 个）应同时测定 1 个有证标准物质，其测定结果与标准值的相对误差应在±25%以内。

12 注意事项

采用石墨炉自动进样方式时，需精准调节自动进样针与石墨管的接触位置，确保进样针内的溶液能完全注入石墨管腔体，避免残留。

附 录 A
（规范性附录）
方法的检出限和测定下限

表 A 为本标准的方法检出限和测定下限。

表 A 方法的检出限和测定下限

序号	元素名称	英文符号	微波消解		电热板消解	
			检出限（mg/kg）	测定下限（mg/kg）	检出限（mg/kg）	测定下限（mg/kg）
1	铜	Cu	0.4	1.6	0.3	1.2
2	铅	Pb	0.3	1.2	0.4	1.6
3	铬	Cr	0.4	1.6	0.5	2.0
4	镉	Cd	0.02	0.08	0.02	0.08
5	镍	Ni	0.3	1.2	0.2	0.8

附 录 B
（资料性附录）
方法的准确度

表 B.1～表 B.4 为本标准的精密度和正确度汇总表。

表 B.1 精密度汇总（微波消解）

元素	样品编号	测定均值（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（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
铜	土壤标样 1	144	0.60～3.8	4.8	9.1	21
	土壤标样 2	100	0.89～8.8	6.7	13	22
	土壤标样 3	19.8	1.2～9.3	3.6	2.4	3.0
	土壤标样 4	23.6	1.4～6.2	5.4	2.7	4.3
	沉积物标样 1	22.7	1.3～5.4	3.6	2.2	3.1
	沉积物标样 2	134	1.1～2.7	2.9	7.1	13
	沉积物标样 3	4.0	1.7～9.9	10	0.6	1.3
	沉积物标样 4	43.8	0.88～5.3	2.9	3.4	4.8
	实际样品 1	171	1.0～2.4	11	8.4	51
	实际样品 2	16.7	2.1～7.7	5.1	2.0	3.0
	实际样品 3	31.2	1.1～2.7	12	4.6	11
	实际样品 4	25.5	1.7～9.9	5.9	5.5	6.6
	实际样品 5	12.4	0.88～5.3	9.3	2.2	3.8
铅	土壤标样 1	554	0.72～11	2.5	66	72
	土壤标样 2	14.5	1.4～14	9.1	3.0	4.7
	土壤标样 3	19.4	1.9～12	7.8	3.1	5.1
	土壤标样 4	21.0	2.3～8.3	6.7	3.2	4.8
	沉积物标样 1	554	0.91～2.3	2.1	27	41
	沉积物标样 2	211	0.49～3.5	2.3	13	18
	沉积物标样 3	20.9	2.3～13	8.7	3.4	6.0
	沉积物标样 4	18.8	2.2～11	3.5	3.2	3.5
	实际样品 1	67.5	1.6～9.8	6.3	8.6	14
	实际样品 2	47.9	2.8～11	8.9	7.7	14
	实际样品 3	46.1	0.49～3.5	19	6.3	25
	实际样品 4	19.8	2.3～13	19	3.6	11
	实际样品 5	15.8	2.2～11	23	3.1	10
铬	土壤标样 1	119	1.1～8.2	2.1	13	14
	土壤标样 2	418	0.96～5.2	1.9	32	37
	土壤标样 3	55.2	1.0～10	2.3	7.1	7.4
	土壤标样 4	65.1	0.42～4.0	3.9	4.9	8.4
	沉积物标样 1	42.8	0.77～3.4	2.9	3.0	4.4
	沉积物标样 2	59.5	0.97～15	7.7	9.0	15
	沉积物标样 3	8.8	1.7～5.2	9.0	0.9	2.3
	沉积物标样 4	79.4	0.73～3.8	4.1	5.4	10
	实际样品 1	72.7	1.6～11	6.9	11	17
	实际样品 2	45.5	1.0～8.5	8.5	6.4	12
	实际样品 3	92.7	0.97～15	16	8.8	43

续表

元素	样品编号	测定均值（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（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
铬	实际样品 4	76.4	1.7～5.2	16	5.1	35
	实际样品 5	57.3	0.73～3.8	20	5.3	32
镉	土壤标样 1	0.45	1.5～11	9.2	0.07	0.13
	土壤标样 2	0.08	3.5～14	10	0.02	0.03
	土壤标样 3	0.15	2.1～11	4.0	0.02	0.03
	土壤标样 4	0.17	1.4～17	2.4	0.03	0.03
	沉积物标样 1	5.42	1.4～8.1	7.7	0.69	1.3
	沉积物标样 2	0.35	1.3～8.1	9.0	0.03	0.09
	沉积物标样 3	0.09	2.7～11	8.0	0.01	0.02
	沉积物标样 4	0.12	3.1～8.8	10	0.02	0.04
	实际样品 1	1.23	1.7～15	21	0.20	0.74
	实际样品 2	0.13	0.88～14	21	0.03	0.08
	实际样品 3	0.20	1.3～8.1	21	0.03	0.12
	实际样品 4	0.16	2.7～11	11	0.05	0.06
	实际样品 5	0.13	3.1～8.8	7.8	0.03	0.04
镍	土壤标样 1	39.8	1.6～6.0	3.5	3.7	5.1
	土壤标样 2	279	1.2～4.1	1.7	19	22
	土壤标样 3	25.4	1.8～3.4	3.3	2.0	3.0
	土壤标样 4	30.4	0.94～2.6	2.4	1.5	2.4
	沉积物标样 1	22.2	0.90～4.4	1.1	1.6	1.6
	沉积物标样 2	18.7	1.4～4.1	1.9	1.4	1.6
	沉积物标样 3	4.6	1.3～14	8.1	0.9	1.3
	沉积物标样 4	70.6	0.57～2.9	2.9	3.5	6.5
	实际样品 1	27.5	1.1～3.6	11	2.0	8.9
	实际样品 2	14.2	2.9～7.1	5.0	2.0	2.7
	实际样品 3	31.4	2.0～6.0	17	3.2	15
	实际样品 4	33.7	0.69～2.6	5.9	1.7	5.8
	实际样品 5	21.2	0.98～5.9	5.3	2.1	3.7

注：实际样品 1 为湖南水稻土，实际样品 2 为广东红壤，实际样品 3 为贵州黄壤，实际样品 4 为宁夏灰钙土，实际样品 5 为江苏棕壤。

表 B.2　精密度汇总（电热板消解）

元素	样品编号	测定均值（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（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
铜	土壤标样 1	146	0.78～7.6	4.9	14	24
	土壤标样 2	99.7	0.74～4.0	5.8	5.9	17
	土壤标样 3	19.6	1.1～5.4	1.9	1.9	2.0
	土壤标样 4	23.4	0.52～7.0	1.8	2.8	2.8
	沉积物标样 1	22.4	0.78～7.6	3.7	3.2	3.7
	沉积物标样 2	131	0.74～4.0	3.5	16	19
	沉积物标样 3	3.7	1.1～5.4	5.9	0.6	0.8
	沉积物标样 4	43.3	0.52～7.0	2.0	3.8	4.2
	实际样品 1	171	0.50～2.0	8.0	6.7	39
	实际样品 2	16.4	1.0～5.9	6.8	1.7	3.5

续表

元素	样品编号	测定均值（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（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
铜	实际样品 3	29.9	0.74～4.0	12	2.0	10
	实际样品 4	25.4	1.1～5.4	7.2	1.9	5.4
	实际样品 5	11.2	0.52～7.0	20	2.4	6.5
铅	土壤标样 1	548	0.69～3.1	2.3	27	42
	土壤标样 2	13.7	2.0～8.0	11	1.6	4.5
	土壤标样 3	18.5	1.0～12	9.0	3.4	5.6
	土壤标样 4	20.6	0.78～7.4	10	2.2	6.3
	沉积物标样 1	551	0.69～3.1	2.5	27	45
	沉积物标样 2	212	0.82～5.5	6.8	18	44
	沉积物标样 3	21.6	0.82～9.4	8.7	2.6	5.7
	沉积物标样 4	18.2	0.90～3.6	9.0	1.2	4.7
	实际样品 1	69.5	2.3～6.9	7.8	8.2	17
	实际样品 2	50.1	1.9～16	5.3	9.7	12
	实际样品 3	50.1	0.82～5.5	17	7.5	25
	实际样品 4	19.0	0.82～9.4	29	3.2	16
	实际样品 5	15.7	0.90～3.6	19	3.7	9.2
铬	土壤标样 1	117	0.79～9.3	2.4	13	14
	土壤标样 2	404	0.93～3.2	3.8	23	48
	土壤标样 3	53.6	1.4～8.3	5.9	5.9	10
	土壤标样 4	63.1	0.61～7.5	6.8	5.8	13
	沉积物标样 1	42.5	0.87～9.4	6.2	5.6	9.0
	沉积物标样 2	61.1	1.8～12	2.1	9.1	9.1
	沉积物标样 3	8.2	2.0～11	8.7	1.4	2.4
	沉积物标样 4	79.0	1.1～6.3	2.1	7.6	8.4
	实际样品 1	72.8	0.91～6.4	12	8.3	26
	实际样品 2	46.8	1.5～6.1	9.7	4.5	13
	实际样品 3	89.4	1.8～12	15	7.5	37
	实际样品 4	72.8	2.0～11	12	5.8	26
	实际样品 5	55.7	1.1～6.3	20	8.6	32
镉	土壤标样 1	0.46	1.5～15	9.1	0.08	0.14
	土壤标样 2	0.08	2.9～12	13	0.02	0.03
	土壤标样 3	0.15	1.8～15	5.6	0.03	0.03
	土壤标样 4	0.17	0.94～7.7	8.2	0.02	0.04
	沉积物标样 1	5.27	1.5～8.2	5.2	0.66	0.98
	沉积物标样 2	0.33	0.67～9.6	6.9	0.04	0.07
	沉积物标样 3	0.10	2.0～13	12	0.02	0.04
	沉积物标样 4	0.12	1.5～15	8.9	0.02	0.04
	实际样品 1	1.22	2.4～12	17	0.19	0.62
	实际样品 2	0.13	1.1～7.8	19	0.02	0.07
	实际样品 3	0.19	0.67～9.6	30	0.03	0.16
	实际样品 4	0.15	2.0～13	9.6	0.03	0.05
	实际样品 5	0.13	1.5～15	11	0.02	0.03
镍	土壤标样 1	38.9	1.2～6.4	4.8	3.8	6.2
	土壤标样 2	275	0.90～8.2	2.6	30	34

续表

元素	样品编号	测定均值（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（mg/kg）	再现性限（mg/kg）
镍	土壤标样 3	25.0	1.0～4.0	4.1	2.1	3.4
	土壤标样 4	30.1	0.96～4.5	3.4	2.2	3.5
	沉积物标样 1	21.8	1.4～3.7	3.0	1.7	2.4
	沉积物标样 2	18.4	1.6～4.0	3.1	1.4	2.1
	沉积物标样 3	4.5	1.9～16	10	1.2	1.7
	沉积物标样 4	70.1	1.0～7.1	3.3	7.0	9.1
	实际样品 1	26.9	1.4～6.3	9.7	2.4	7.6
	实际样品 2	13.6	1.9～6.1	11	1.5	4.3
	实际样品 3	30.7	1.6～8.7	15	3.9	13
	实际样品 4	32.9	1.6～5.0	4.7	2.7	5.0
	实际样品 5	21.0	2.2～5.9	3.2	2.3	2.8
注：实际样品 1 为湖南水稻土，实际样品 2 为广东红壤，实际样品 3 为贵州黄壤，实际样品 4 为宁夏灰钙土，实际样品 5 为江苏棕壤。						

表 B.3 正确度汇总（微波消解）

元素	标样编号	测定均值（mg/kg）	相对误差范围（%）	相对误差均值（%）	相对误差标准偏差（%）	相对误差终值（%）
铜	土壤标样 1	144	−8.3～7.5	0.053	4.7	−9.4～9.5
	土壤标样 2	100	−3.6～16	2.8	7.2	−12～17
	土壤标样 3	19.8	−2.5～8.5	1.4	3.5	−5.7～8.5
	土壤标样 4	23.6	−6.8～11	0.029	5.5	−11～11
	沉积物标样 1	22.7	−2.2～8.7	0.97	3.7	−6.4～8.4
	沉积物标样 2	134	−1.5～7.8	1.8	3.0	−4.3～7.9
	沉积物标样 3	4.0	−14～15	2.8	11	−19～25
	沉积物标样 4	43.8	−1.3～6.0	1.9	3.0	−4.0～7.9
铅	土壤标样 1	554	−3.9～4.1	0.41	2.5	−4.6～5.5
	土壤标样 2	14.5	−8.7～17	3.6	9.9	−16～24
	土壤标样 3	19.4	−16～4.3	−3.1	7.6	−18～12
	土壤标样 4	21.0	−15～1.6	−4.7	6.3	−17～7.8
	沉积物标样 1	554	−4.7～1.4	−0.12	2.1	−4.3～4.1
	沉积物标样 2	211	−3.8～2.9	0.51	2.2	−4.0～5.0
	沉积物标样 3	20.9	−22～0.68	−4.8	8.2	−21～12
	沉积物标样 4	18.8	−6.8～2.0	−1.0	3.5	−8.1～6.1
铬	土壤标样 1	119	−2.6～3.0	0.48	2.2	−3.9～4.8
	土壤标样 2	418	−0.49～5.2	2.0	2.0	−2.0～5.9
	土壤标样 3	55.2	−3.2～4.3	0.39	2.3	−4.2～5.0
	土壤标样 4	65.1	−8.4～3.8	−1.4	3.9	−9.1～6.3
	沉积物标样 1	42.8	−6.5～2.3	−0.48	2.8	−6.2～5.2
	沉积物标样 2	59.5	−19～3.9	−2.7	7.6	−18～13
	沉积物标样 3	8.8	−12～16	4.6	9.4	−14～23
	沉积物标样 4	79.4	−6.3～6.3	0.42	4.0	−7.6～8.5
镉	土壤标样 1	0.45	−14～8.0	−0.91	9.1	−19～17
	土壤标样 2	0.08	−19～13	−3.3	11	−24～18
	土壤标样 3	0.15	−8.2～2.9	−2.8	3.9	−11～4.9

续表

元素	标样编号	测定均值（mg/kg）	相对误差范围（%）	相对误差均值（%）	相对误差标准偏差（%）	相对误差终值（%）
镉	土壤标样 4	0.17	−2.6～3.7	−0.69	2.2	−5.1～3.7
	沉积物标样 1	5.42	−8.7～7.1	−0.89	5.8	−13～11
	沉积物标样 2	0.35	−16～12	2.4	9.2	−16～21
	沉积物标样 3	0.09	−19～5.7	−3.1	7.8	−19～13
	沉积物标样 4	0.12	−12～19	−1.6	10	−22～19
镍	土壤标样 1	39.8	−7.1～2.7	0.10	3.5	−6.9～7.1
	土壤标样 2	279	−1.1～3.5	0.95	1.7	−2.4～4.3
	土壤标样 3	25.4	−1.9～8.2	1.3	3.3	−5.4～8.0
	土壤标样 4	30.4	−2.1～4.3	1.2	2.4	−3.6～6.1
	沉积物标样 1	22.2	−1.4～1.6	0.87	1.0	−1.2～2.9
	沉积物标样 2	18.7	−3.7～0.70	−1.2	1.9	−5.1～2.7
	沉积物标样 3	4.6	−15～10	−2.3	7.9	−18～14
	沉积物标样 4	70.6	−2.6～6.2	0.77	2.9	−5.0～6.5

表 B.4 正确度汇总（电热板消解）

元素	标样编号	测定均值（mg/kg）	相对误差范围（%）	相对误差均值（%）	相对误差标准偏差（%）	相对误差终值（%）
铜	土壤标样 1	146	−9.1～6.2	1.3	5.0	−8.7～11
	土壤标样 2	99.7	−5.5～13	2.9	5.6	−8.4～14
	土壤标样 3	19.6	−2.5～3.1	0.60	1.9	−3.2～4.4
	土壤标样 4	23.4	−3.6～1.3	−0.99	1.9	−4.7～2.8
	沉积物标样 1	22.4	−6.7～3.6	−0.41	3.7	−7.8～7.0
	沉积物标样 2	131	−6.1～2.9	−0.38	3.5	−7.3～6.6
	沉积物标样 3	3.7	−15～1.3	−4.6	5.3	−15～6.0
	沉积物标样 4	43.3	−1.7～4.7	0.71	2.1	−3.4～4.9
铅	土壤标样 1	548	−4.2～2.4	−0.78	2.2	−5.3～3.7
	土壤标样 2	13.7	−14～11	−1.9	11	−23～20
	土壤标样 3	18.5	−23～2.4	−7.2	8.2	−24～9.2
	土壤标样 4	21.3	−9.1～1.7	−3.3	3.9	14～29
	沉积物标样 1	551	−1.4～1.6	−0.70	2.4	−5.5～4.1
	沉积物标样 2	212	−7.7～15	1.2	6.8	−13～15
	沉积物标样 3	21.6	−20～4.1	−2.1	8.4	−19～15
	沉积物标样 4	18.2	−23～2.5	−4.2	8.7	−22～13
铬	土壤标样 1	117	−4.3～2.1	−1.2	2.5	−6.1～3.8
	土壤标样 2	404	−6.2～4.6	−1.5	3.7	−8.9～5.9
	土壤标样 3	53.6	−13～1.8	−2.6	5.7	−14～8.8
	土壤标样 4	63.1	−16～5.1	−4.4	6.5	−18～8.6
	沉积物标样 1	42.5	−9.3～9.3	−1.2	6.1	−14～11
	沉积物标样 2	61.1	−3.0～2.4	0.043	2.2	−4.3～4.4
	沉积物标样 3	8.2	−16～7.2	−2.0	8.7	−19～15
	沉积物标样 4	79.0	−2.4～3.8	−0.021	2.1	−4.3～4.2
镉	土壤标样 1	0.46	−14～11	1.7	9.3	−17～20
	土壤标样 2	0.08	−15～25	2.7	14	−25～31
	土壤标样 3	0.15	−9.0～6.7	0.043	5.7	−11～12

续表

元素	标样编号	测定均值（mg/kg）	相对误差范围（%）	相对误差均值（%）	相对误差标准偏差（%）	相对误差终值（%）
镉	土壤标样 4	0.17	−20～4.6	0.047	8.0	−19～14
	沉积物标样 1	5.27	−15～-0.17	−5.9	5.0	−16～4.2
	沉积物标样 2	0.33	−16～5.9	−1.9	6.8	−16～12
	沉积物标样 3	0.10	−22～18	0.51	13	−25～26
	沉积物标样 4	0.12	−15～9.0	−3.2	8.5	−20～14
镍	土壤标样 1	38.9	−8.0～2.8	−2.8	4.6	−12～6.4
	土壤标样 2	275	−2.9～4.1	−0.46	2.6	−5.7～4.8
	土壤标样 3	25.0	−3.5～7.2	0	4.0	−8.1～8.1
	土壤标样 4	30.1	−5.1～4.0	0.044	3.5	−6.9～7.0
	沉积物标样 1	21.8	−4.4～2.7	−0.77	2.9	−6.5～4.9
	沉积物标样 2	18.4	−7.4～0.35	−2.8	3.0	−8.8～3.2
	沉积物标样 3	4.5	−24～4.3	−3.5	10	−24～17
	沉积物标样 4	70.1	−4.6～6.2	0.094	3.3	−6.5～6.7