黄海波, 沈加林, 陈宇,等. 全谱发射光谱仪应用于分析地质样品中的银锡硼钼铅[J]. 岩矿测试,2020,39(4):555-565. HUANG Hai - bo, SHEN Jia - lin, CHEN Yu, et al. Simultaneous Determination of Silver, Boron, Tin, Molybdenum and Lead in Geological Samples by Atomic Emission Spectrometer with Full Spectrum[J]. Rock and Mineral Analysis,2020,39(4):555-565. [DOI: 10.15898/j. cnki. 11-2131/td. 201909230137]

全谱发射光谱仪应用于分析地质样品中的银锡硼钼铅

黄海波,沈加林*,陈宇,刘建坤 (中国地质调查局南京地质调查中心,江苏南京 210016)

摘要:掌握地质样品中银锡硼钼铅的含量对于研究成矿规律和地球化学找矿极其重要,目前的分析方法很 少能一次性准确高效检出银锡硼钼铅。本文在前人研究基础上建立了应用全谱发射光谱仪固体粉末进样, 一次性高效、准确地分析检测地质样品中银锡硼钼铅的方法。采用国家一级标准物质(岩石、土壤和水系沉 积物)对合成硅酸盐标准曲线进行第二次拟合以降低基体的干扰;设置元素分析谱线转换值实现元素分析 谱线的简单切换,不同的样品含量使用不同的分析谱线,达到分析结果更加接近样品真值的效果,同时扩大 了标准曲线线性范围。结果表明:银锡硼钼铅的检出限分别为 0.0077μg/g、0.19μg/g、0.68μg/g、 0.058μg/g、0.49μg/g,方法精密度在 3.23% ~9.39%之间。应用本方法分析土壤、水系沉积物、岩石国家一 级标准物质的测定值与其认定值相符, ΔlogC 值的绝对值均小于 0.10;实际样品和外控样的一次测试结果 合格率分别为 92% ~98%、100%。本方法简单,分析速度快,避免了样品稀释带来的污染,使用多条分析谱 线测定国家标准物质,相比传统发射光谱法使用单分析谱线的测定值更加接近认定值,检出限优于《地质 矿产实验室测试质量管理规范》的规定值。

关键词:地质样品;金属和非金属元素;全谱;发射光谱仪;二次拟合;分析谱线转换值 要点:

(1) 建立了全谱发射光谱仪一次性分析检测地质样品中银锡硼钼铅含量的方法。

(2) 设置分析谱线转换值切换分析谱线,不同含量样品采用不同分析谱线,延伸了标准曲线线性范围。

(3) 使用国家一级标准物质对标准曲线进行第二次拟合,降低基体带来的误差。

(4) 本方法简单快速,固体粉末进样无污染,检出限等评价指标优于前人研究。

中图分类号: 0657.31 文献标识码: B

银锡硼钼铅等作为地球化学普查的必测元 素^[1-3],掌握这些元素的含量对于地质勘查工作者 研究成矿规律和地球化学找矿极其重要,准确测量 样品中元素的含量具有重要的实际意义。由于地质 样品的岩性差异明显,区域分布各异,含量相差甚 远,给检测人员带来挑战。目前分析地质样品中银 锡硼钼铅的方法主要有电感耦合等离子体发射光谱 法(ICP - MS)^[9-15]、原子吸收光谱法(AAS)^[16-17]、 分光光度法^[18]等,这些分析方法都需要使用大量酸 碱^[19-20],产生大量的废液废气污染环境。另外, ICP-OES法测定银的检出限偏高(通常大于 1µg/g),不满足《地质矿产实验室测试质量管理规 范》(DZ/T 0130—2006)要求;ICP-MS法的空白亦 偏高,需要严格控制盐度,否则影响甚至损坏矩管等 部件的正常使用^[21];分光光度法一次只能分析一种 元素且不适合微量元素的测试,干扰元素较明显。 锡等元素在溶液中易水解以及样品中的锡通过酸等

收稿日期: 2019-09-23; 修回日期: 2020-01-18; 接受日期: 2020-04-24

基金项目:国家重点研发计划项目"土地生态恢复评价检验检测及质量控制标准研究"(2017YFF0206804)

作者简介:黄海波,工程师,主要从事光谱、ICP - OES/MS 等分析方法的应用与研究。E - mail: huanxinxing@163.com。 通讯作者:沈加林,硕士,高级工程师,主要从事分析测试、物相分析、地质矿产的研究。E - mail: sjlilu@163.com。

也难以溶解完全,银元素需要严格控制酸度特别是 采用王水提取时尤其要注意,以免产生沉淀使分析 结果偏低。基于上述原因,以上方法都无法一次性 检测出样品中的银锡硼钼铅。在实际分析测试中, 银锡硼钼铅五元素分析测试往往需要同时使用 ICP - MS法和发射光谱法,增加了大量的人力和物 力成本,经济效率低。

发射光谱法在分析地质样品中的银锡硼钼铅等 元素具有独特的优势。早期甚至目前为止还有很多 研究者仍在沿用传统的一米光栅或者两米光栅摄谱 仪^[22].不可避免地要经过相板摄谱、洗相板、测光等 步骤,实验过程过于繁琐,分析效率低。随后逐渐使 用光电直读发射光谱仪^[23-26],这种方法不能实现全 谱测试,线性范围有限,在实际应用中必然要对高含 量样品进行稀释,从而给分析结果带来误差。本文对 样品使用全自动振动搅拌仪在 1900~2100Hz 振动频 率下进行处理,采用全谱发射光谱仪上机测试。测试 中使用国家一级标准物质对合成硅酸盐标准曲线进 行第二次拟合,以降低基体的影响,在最佳的缓冲剂 成分配比、内标元素和曝光时间条件下,根据样品含 量,选择最佳的分析谱线转换值,任意切换所需分析 谱线,在237~348nm 波长范围内进行全谱线测试.一 次性快速、准确地检出地质样品中的银锡硼钼铅。

1 实验部分

1.1 仪器和工作条件

AES - 8000 型全谱交直流电弧发射光谱仪 [北京北分瑞利分析仪器(集团)有限责任公司]。

激发电流:交流电弧,4A 起弧,5s 后升至 14A,保持 25s,信号采集时间共 30s。

XZJ-54 型振动搅拌仪(武汉探矿机械厂): 频率范围0~4000Hz。

Mettler AL104 型电子天平(美国梅特勒 – 托利 多公司)。

1.2 材料和主要试剂

光谱纯石墨电极:上电极为平头柱状,直径4mm,长10mm;下电极为细颈杯状,直径3.8mm,孔 深4mm,壁厚0.6mm,细颈长4mm,细颈直径2.6mm。

光谱缓冲剂:组成为焦硫酸钾:氟化钠:三氧 化二铝:碳粉=22:20:44:14(质量分数之比,其 中内含质量分数为0.007%的内标物质氧化锗)。

合成硅酸盐基物:组成为二氧化硅:三氧化二
铝:三氧化二铁:白云石:硫酸钠:硫酸钾=72:
- 556 —

乙醇-水溶液(1:1,体积比)。

蔗糖溶液(20g/L):称取 2.00g 蔗糖溶于 50mL 乙醇-水溶液,然后用乙醇-水溶液定容至 100mL。

1.3 实验样品

合成硅酸盐标准样品:GSES I-1、GSES I-2、 GSES I-3、GSES I-4、GSES I-5、GSES I-6、GSES I-7、GSES I-8。

水系沉积物国家一级标准物质:GBW07301、 GBW07302、GBW07303、GBW07305、GBW07307、 GBW07311、GBW07312、GBW07358、GBW07361、 GBW07302a、GBW07304a、GBW07305a、GBW07307a。

土壤国家一级标准物质: GBW07402、 GBW07403、GBW07404、GBW07405、GBW07406、 GBW07408、GBW07427、GBW07430、GBW07448、 GBW07449、GBW07453、GBW07454、GBW07456、 GBW07457。

岩石国家一级标准物质: GBW07103、 GBW07105、GBW07107、GBW07103、GBW07106、 GBW07108、GBW07111、GBW07122。

以上标准物质均购自中国地质科学院地球物理 地球化学勘查研究所。合成硅酸盐标准样品用于制 作标准曲线;水系沉积物、土壤、岩石国家一级标准 物质包含具有代表性的不同含量不同性质的标准物 质,主要用于对标准曲线进行二次拟合以及对方法 进行评价。

本实验的实际样品来自1:50000地球化学普查样品,外控样购自中国地质科学院地球物理地球 化学勘查研究所。实际样品和外控样均用于验证方 法的重复性和可靠性。

1.4 实验过程

1.4.1 样品制备

准确称取试样(经105℃烘干3h)和缓冲剂各 0.1000g于5mL陶瓷坩埚中,加入1颗直径4mm的 小玛瑙珠后,将样品置于全自动振动搅拌仪中混合 15min,待试样和缓冲剂完全混匀后装入下电极中, 装紧压实。滴入2滴20g/L蔗糖溶液,置于烘箱中 在105℃温度下干燥1h,待测。

1.4.2 标准系列

已有报道直接采用合成硅酸盐系列(GSES I-1 ~ GSES I-8)建立标准曲线^[27-29],但是由于地质样品的岩性差异明显含量各异,基体差异较大,分析结

果存在误差;也有报道采用国家标准物质建立标准 曲线^[30-31],这样虽然可以降低基体干扰,但是由于 弧焰的漂移等因素带来偶然误差使曲线偏离,导致 分析结果存在偏差。本方法采用合成硅酸盐标准曲 线,使用不同种类、不同含量的国家一级标准物质 GBW07361、GBW07312、GBW07302、GBW07307、 GBW07305a、GBW07402、GBW07403、GBW07406、 GBW07408、GBW07402、GBW07454、GBW07406、 GBW07103 对合成硅酸盐标准曲线进行第二次拟 合,以降低基体的影响,保证实验结果的准确性,克 服了上述两种曲线的缺陷。

2 结果与讨论

2.1 缓冲剂成分的探讨

在发射光谱分析中,缓冲剂的成分及其配比直 接影响分析条件和分析结果,理论上如果能够找到 一种合适的缓冲剂,将可以对元素周期表中的大部 分元素进行准确检测。吴建华[32]采用熔融技术以 无污染液体缓冲剂准确测定了化探样品中21种元 素; 贡勇喜^[33] 以 24% 硫粉、20% 氯化镉、21% 碘化 铵、25% 焦硫酸钾、10% 氟化钠为缓冲剂,准确测定 了化探样品中19种元素;吴冬梅等[34]采用94%石 墨粉、5%氟化钠、1%氧化镓试剂作为缓冲剂较好地 测定了五氧化二铌中18种杂质元素。缓冲剂可以 稀释样品,稳定电弧,调节被测元素的蒸发行为,控 制电弧温度,最大程度地降低实验方法的检出限,提 高方法的可靠性和准确度^[30,35]。大量文献对缓冲 剂的成分、配比和作用机理作了详细描述^[30,36-37], 建议采用焦硫酸钾、氟化钠、三氧化二铝、碳粉、硫 粉、二氧化锗、二氧化硅、三氧化二铁、氧化镁等作为 缓冲剂的成分。

本文采用焦硫酸钾、氟化钠、三氧化二铝、碳粉 作为缓冲剂,钾、钠等元素的存在起到降低弧焰温度 的作用,减少背景的影响,分析谱线强度也能够相应 增强,最终达到降低方法检出限的目的。氟与极易 形成难挥发性化合物的硼、钼等发生卤化反应,使其 沸点大幅降低,生成易挥发化合物,提前蒸发,实现 与二氧化硅等主成分的分离,从而降低二氧化硅、碳 粉等物质对钼硼等元素测定的影响。适量的碳粉增 加导电性,碳粉和焦硫酸钾的烧结作用可以减少甚 至消除样品的喷溅。三氧化二铝使其与复杂的地质 样品有相似的基体。

2.2 内标元素和曝光时间的确定

2.2.1 内标元素

地质样品的成分复杂,给内标元素的选择带来 了很大困难,内标元素的选择常遵循的原则^[35]有: 测试样品中不含所选的内标元素;内标元素要和被 测元素的蒸发行为一致,激发能相近;加入的内标元 素在样品中的含量保持不变,并且不能干扰被测元 素。按照实验方法对合成硅酸盐标样 GBW07706 (GSESI-6)进行处理,测试其蒸发曲线,如图1所 示,锗的蒸发行为与被测元素的蒸发行为一致,同时 地球化学样品中锗的含量比较均一,本实验通过外 加内标元素(以二氧化锗的形式加入缓冲剂中),使 其含量远远高于样品本身的含量,通常在50倍以 上^[31],保证内标元素含量的一致性。综上,本文采 用锗作为内标元素。



图1 蒸发曲线

Fig. 1 Evaporation curves

2.2.2 曝光时间

按照实验方法对合成硅酸盐标样 GBW07706 进行处理,平行10份,在不同的曝光时间下,记录其 累积光强度。以累积光强度为纵轴,采集时间为横 轴作图,如图2所示。在0~30s内,累积光强度随 着采集时间的增加迅速增加,曲线较陡;在30s以后 累积光强度随着采集时间增加缓慢,曲线趋于平滑。 结合各元素的蒸发行为,本实验曝光时间选择30s。

2.3 分析谱线和分析谱线转换值的确定

2.3.1 分析谱线和参考线

在实验中,选择的分析谱线时既要保证被测元 素有足够的谱线强度和灵敏度,又要保证没有其他 元素谱线的干扰。所以必须考虑地质样品中银锡硼

— 557 —



图 2 光强度随采集时间的变化趋势

Fig. 2 Variation trend of light intensity as various collection times

钼铅等元素的存在形式的复杂性^[37]和硅铝铁钙镁 等元素的干扰。特别是铁元素,由于铁分析谱线较 复杂,当铁含量高时对银的干扰大。此外,还应考虑 被测元素之间的相互干扰和谱线附近分子光谱的干 扰,如氰分子谱、二氧化硅分子谱等。

实际工作中,分析含量高的样品时,采用灵敏度 低的分析谱线;分析含量低的样品时,采用灵敏度高 的分析谱线;长波的分析谱线选用长波的锗谱线作 为参考,短波的分析谱线选用短波的锗谱线作为参 考。实验结果表明,分析谱线选用情况如表1所示 时,实验准确度(△logC 绝度值都小于0.10)等指标 都满足测试要求。

表1 分析谱线、参考线、分析谱线转换值和测试范围

Table 1 Analytical line, reference line, conversion value and the measurement range of the method

| | | U | | |
|-------|----------|----------|--------|---------------|
| 待測元麦 | 工作谱线 | 参考线 | 转换值 | 测试范围 |
| 一行侧儿系 | (nm) | (nm) | (µg∕g) | (µg⁄g) |
| Aα | 328.068 | 326.9494 | - | 0~0.5 |
| 146 | 338.289 | 326.9494 | 0.5 | 0.5~10 |
| Sn | 283.999 | 270.9626 | 8.5 | 8.5~100 |
| 511 | 317.502 | 326.9494 | - | 0~8.5 |
| B | 249.678 | 270.9626 | 80 | 80 ~ 500 |
| Б | 249.773 | 270.9626 | - | $0 \sim 80$ |
| Мо | 313.2594 | 326.9494 | 10 | 10 ~ 100 |
| 110 | 317.0347 | 326.9494 | - | $0 \sim 10$ |
| | 266.3166 | 270.9626 | Δ | Δ |
| Pb | 280.1990 | 270.9626 | 30 | $30 \sim 600$ |
| | 283.3069 | 270.9626 | - | 0 ~ 30 |

注:"Δ"表示不使用该线,"-"表示在小于转换值使用该线。

在237~348nm 波长范围内实现了全谱测试。 余宇等^[38]研究了镁元素对锡的影响,不同含量的镁 对使用不同分析谱线测试锡时的影响千差万别,赋 予了本文通过分析谱线转换值切换分析谱线的实际 意义。合适的分析谱线转换值可以实现各被测元素 使用其任意一条分析谱线,分析谱线转换值的引入, 延伸了被测元素的线性范围^[39],省去了对高含量样 品的稀释,简化了实验流程,减少了实验误差。根据 实际样品含量情况确定分析谱线转换值,但是在不 同的分析谱线下,标准曲线连接处必须是线性的。 大量的实验表明,分析谱线转换值如表1所示时,获 得了良好的实验结果。

2.3.3 分析谱线转换值对实验结果的影响

按照实验方法,对 10 个国家一级标准物质 (GBW07427、GBW07304a、GBW07301、GBW07303、 GBW07448、GBW07457、GBW07105、GBW07107、 GBW07307a、GBW07358)进行实验。根据确定的分 析谱线转换值,对高含量样品采用次灵敏度线,低含 量样品采用最灵敏度线,分别在多条分析谱线和传 统单分析谱线下进行实验,测定结果如表 2 所示。 多分析谱线下,标准物质的△logC 绝对值普遍小于 使用单工作谱线的△logC 绝对值,国家标准物质的 测试结果接近认定值,而在单分析谱线分析时还存 在超差的风险。

2.4 分析方法评价

2.4.1 方法检出限

按照实验方法,对合成硅酸盐标样基物和光谱 缓冲剂等比例混匀,装于12个电极上,烘干后待测。 以3倍标准偏差为检出限,本方法具有更低^[40-41]的 检出限(表3)并且也满足 DZ/T 0130—2006 的要 求,特别是银的检出限小于 0.008µg/g,地质样品中 银的测定结果将更加准确可靠,这对于地球化学研 究具有非常重要的意义。

2.4.2 方法精密度

按照实验方法,对9个国家一级标准物质 (GBW07302、GBW07309、GBW07312、GBW07364、 GBW07403、GBW07451、GBW052、GBW07454、 GBW07103)测试12次,计算其标准偏差,分析结果 列于表4。银锡硼钼铅测定值的相对标准偏差 (RSD)分别为3.69%~9.39%、3.23%~8.66%、

表 2 转换值的使用对实验结果的影响

Table 2 Effect of conversion values on the analytical results of the method

| trip trip regrice regrice regrice regrice regrice regrice regrice regrice regrice regrice regrice regrice regrice regrice regrice regrice re | | | GBW0 | 07427 | GBW0 | 7304a | GBW0 | 7301 | GBW07303 GB | | | 07448 |
|--|---------------------------------------|---|--|--|--|---|---|---|---|---|--|---|
| πa <th< td=""><td>待测</td><td>而日</td><td>元素含量</td><td></td><td>元素含量</td><td></td><td>元素含量</td><td></td><td>元素含量</td><td></td><td>元素含量</td><td></td></th<> | 待测 | 而日 | 元素含量 | | 元素含量 | | 元素含量 | | 元素含量 | | 元素含量 | |
| Image in the sector of the | 元素 | 坝日 | 测定值 | ∆lgC | 测定值 | ∆lgC | 测定值 | ∆lgC | 测定值 | ∆lgC | 测定值 | ∆lgC |
| | | | (µg⁄g) | | (µg⁄g) | | (µg⁄g) | | (µg⁄g) | | $(\mu g/g)$ | |
| Agg 混 <table-cell>能 0.072 0.031 0.031 0.031 0.040 -0.040 0.058 -0.022 0.056 0.050 338.068nm 測定値 0.078 0.053 0.031 0.031 0.031 0.040 0.040 0.050 0.055 -0.022 0.056 -0.021 0.056 -0.021 0.056 -0.021 0.056 -0.021 0.056 -0.021 0.056 -0.021 0.056 -0.021 0.056 -0.021 0.056 -0.021 0.056 -0.021 0.056 -0.021 0.056 -0.021 0.056 -0.021 0.056 -0.021 0.056 -0.021 0.056 -0.021 0.056 -0.021 0.011 0.011 0.015 0.015 0.015 0.015 0.015 0.016 0.010 0.010 0.011</table-cell> | | 认定值 | 0.067 | - | 0.22 | - | 0.048 | - | 0.59 | - | 0.05 | - |
| ·he 328. 068m 耐淀値 0.072 0.036 0.065 0.011 0.046 -0.020 0.055 -0.022 0.065 0.050 38. 280m 両定値 0.33 - 4 - 3.1 - 3.4 - 0.005 3.22 0.017 3.47 0.009 2.97 0.111 37.502m 両渡値 3.52 0.028 3.95 -0.005 3.22 0.017 3.47 0.009 2.97 0.111 235. 059m 両速値 3.52 0.028 3.95 -0.005 3.22 0.017 3.47 0.009 2.97 0.111 235. 057m 両差値 4.6 - 4.6 - 4.6 - 3.3 - 0.01 4.7 - 0.021 2.012 2.012 0.010 4.6 0.011 4.6 0.011 1.63 0.007 0.67 0.60 0.60 0.007 0.67 0.64 0.02 0.63 0.012 31.057m magué 0.45 0.020 55.8 0.007< | Aσ | 多线测定值 | 0.072 | 0.031 | 0.23 | 0.011 | 0.046 | -0.019 | 0.56 | -0.022 | 0.056 | 0.050 |
| 38. 289m ख9.0.670.0.680.0.610.0.680.0.260.0.200.0.610.0.6136.0.3.80.3.30.0.613.10.03.10.00.2.00.0.710.0002.2.90.011123. 999m ख3.7.20.0283.9.50.0053.2.20.0173.4.70.0092.9.70.111133. 1.0.02m ख3.7.20.0.283.9.50.0053.2.20.0173.4.70.0092.9.70.111123. 999m ख3.7.20.0.283.7.40.0.517.7.60.0.094.4.90.0103.7.00.04048.70.020249. 753m ख51.70.05177.60.01944.90.0103.7.00.04448.70.020249. 753m ख0.1480.1511.6.10.0170.670.04490.60.0170.6.30.012313. 2594m ख0.490.0111.6.30.0070.670.04490.60.0070.6.50.045313. 2594m ख0.490.0111.6.30.0070.670.04490.60.0070.150.014313. 2594m ख0.170.00265.80.0160.670.0490.60.0070.150.104283. 399m ख21.70.00265.80.01422.50.00438.70.0151.140.101283. 399m ख21.70.00265.80.01423.00.06723.70.00438.70.0151.14 | 116 | 328.068nm 测定值 | 0.072 | 0.031 | 0.23 | 0.011 | 0.046 | -0.019 | 0.55 | -0.032 | 0.056 | 0.050 |
| Sn $\begin{timesky}{linewide}{3.32}$ $ 4$ $ 3.1$ $ 3.4$ $ 2.3$ $-$ Sn 3.52 0.028 3.95 -0.005 3.22 0.017 3.47 0.000 2.97 0.111 $283.999nm$ $30cm 3.74 0.054 2.94 -0.134 3.47 0.000 2.93 0.105 28.399nm 3x2m 4.6 4.6 3.3 51 29.978nm 3x2m 51.7 0.051 87.1 -0.019 4.49 -0.010 37.0 0.404 48.7 -0.020 29.978nm 3x2mm 32.5 0.057 87.1 -0.019 4.92 0.029 36.3 0.041 48.6 -0.21 31.3594m 3x126m 0.49 0.011 1.63 0.007 0.67 -0.04 90.6 -0.07 0.57 -0.061 1.9.4 0.012 2.2 0.041 $ | | 338.289nm 测定值 | 0.078 | 0.065 | 0.16 | -0.148 | 0.026 | -0.260 | 0.56 | -0.022 | 0.061 | 0.087 |
| 小田田田田田田田田田田田田田田田田田田田田田田田田田田田田田田田田田田田田 | | 认定值 | 3.3 | - | 4 | - | 3.1 | - | 3.4 | - | 2.3 | _ |
| 3.11 317.502m 謝定値 3.32 0.03 3.22 0.017 3.47 0.009 2.97 0.1111 283.999m 前定値 3.74 0.054 2.94 -0.134 3.47 0.009 3.33 -0.000 2.93 0.010 B 253.999m 前定値 51.7 0.051 87.1 -0.019 4.49 -0.010 37.0 0.049 48.7 -0.020 249.773m ਗੋਏ(f) 51.7 0.051 87.1 -0.019 4.49 -0.010 37.0 0.041 48.7 -0.020 249.773m ਗੋਏ(f) 0.45 0.057 77.6 -0.019 4.92 -0.014 97.2 -0.016 -0.026 -0.026 -0.012 -0.014 4.92 -0.014 97.2 -0.015 -0.015 -0.012 313.2594m ਗੋਏ(f) 0.45 0.011 1.63 0.007 0.04 2.0 -0.075 1.04 -0.015 -0.015 -0.016 -0.015 -0.015 -0.015 -0.015 2.012 -0.015 2.012 | Sn | 多线测定值 | 3.52 | 0.028 | 3.95 | -0.005 | 3.22 | 0.017 | 3.47 | 0.009 | 2.97 | 0.111 |
| 1283.999m 326 3.74 0.05 2.94 -0.154 0.47 0.09 3.33 -0.099 2.93 0.101 B 3 3 -0.099 4.87 -0.019 4.8 -0.010 3.70 0.049 4.87 -0.020 249.757m 351.7 0.051 87.1 -0.019 4.92 -0.020 3.63 0.041 48.6 -0.021 249.757m 351.6 0.73 0.011 1.63 0.007 0.74 -0.02 3.0.3 0.014 48.6 -0.021 313.2594m 326.6 0.049 0.01 1.63 0.007 0.67 -0.044 72.0 -0.05 0.03 -0.07 0.05 -0.07 0.05 -0.07 0.05 -0.07 0.05 -0.07 0.05 -0.07 0.05 -0.07 0.05 -0.07 0.05 -0.07 0.05 -0.07 0.05 -0.07 0.05 -0.07 0.05 -0.07 0.05 -0.07 0.05 | 511 | 317.502nm 测定值 | 3.52 | 0.028 | 3.95 | -0.005 | 3.22 | 0.017 | 3.47 | 0.009 | 2.97 | 0.111 |
| B 差残測定値込定値46914.63351多残測定値51.70.05187.1-0.0194.49-0.01037.00.04948.7-0.020249.73m<測定値 | | 283.999nm 测定值 | 3.74 | 0.054 | 2.94 | -0.134 | 3.47 | 0.049 | 3.33 | -0.009 | 2.93 | 0.105 |
| B 多く戦闘空値 51.7 0.051 87.1 -0.019 44.49 -0.010 37.0 0.049 48.7 -0.020 249.773mm 測定値 51.7 0.051 77.6 -0.019 44.92 -0.019 37.0 0.049 48.7 -0.020 249.78mm 測定値 52.5 0.057 87.1 -0.019 4.49 -0.01 37.0 0.041 48.6 -0.021 31.0347nm 測定値 0.48 -0.01 1.63 0.007 0.67 -0.044 90.6 -0.007 0.63 -0.012 31.0347nm 測定値 0.49 0.011 1.63 0.007 0.67 -0.04 70.04 70.05 10.44 70.01 10.5 -0.013 -0.015 -0.044 -0.04 70.05 10.44 0.016 -0.015 10.4 0.016 20.09 20.05 20.05 20.05 20.05 20.05 20.05 20.05 20.05 20.05 20.05 20.05 20.05 20.05 20.05 20.05 20.05 | | 认定值 | 46 | - | 91 | - | 4.6 | - | 33 | - | 51 | - |
| b 249.73mm 潮度値 51.7 0.051 77.6 -0.069 4.49 -0.010 37.0 0.049 48.7 -0.020 249.678mm 測定値 52.5 0.057 87.1 -0.019 4.92 0.029 36.3 0.041 48.6 -0.021 過 決定値 0.49 0.011 1.63 0.007 0.67 -0.044 90.6 -0.007 0.63 -0.007 0.63 -0.007 0.63 -0.007 0.63 -0.007 0.63 -0.007 0.63 -0.007 0.63 -0.007 0.63 -0.007 0.63 -0.007 0.63 -0.007 0.63 -0.007 0.63 -0.007 0.63 -0.007 0.63 -0.017 0.007 0.63 -0.017 0.016 38.7 -0.015 19.4 0.016 -0.017 2.028 0.016 38.7 -0.015 19.4 0.016 -0.017 2.028 0.016 38.7 -0.015 19.4 0.016 -0.017 2.028 0.016 19.4 0. | р | 多线测定值 | 51.7 | 0.051 | 87.1 | -0.019 | 4.49 | -0.010 | 37.0 | 0.049 | 48.7 | -0.020 |
| 249.678nm 潮症値52.50.05787.1-0.014.920.02936.30.04148.6-0.021MK0.490.0111.630.0070.67-0.04492-0.0550.630.012317.0347nm 潮症値0.490.0111.630.0070.67-0.04490.6-0.0070.630.015317.0347nm 潮症値0.490.0111.630.0070.63-0.07290.6-0.0550.055-0.051283.0960nm 潮症値21.70.00255.8-0.01427.50.06038.7-0.01619.40.016283.0960nm 潮症値21.70.00255.8-0.01428.00.06738.7-0.01520.20.031283.0960nm 潮症値21.70.00255.8-0.01428.00.06738.7-0.01520.20.031280.199nm 潮症値21.70.00255.8-0.01428.00.06738.7-0.01520.20.031280.199nm 潮症値21.70.02255.8-0.01428.00.06738.7-0.01520.20.031281.29021.171.0221.22.0.0281.220.0280.06738.7-0.01520.2.0.014280.199nm 激症値21.7.0.022.5.8-0.01428.00.06738.7-0.01520.2.0.015333.299nm 減症値0.13-0.28.0.28.0.28.0.28.0.28.0.28.0.28.0.28.0.28< | D | 249.773nm 测定值 | 51.7 | 0.051 | 77.6 | -0.069 | 4.49 | -0.010 | 37.0 | 0.049 | 48.7 | -0.020 |
| Mo 1.6 - 0.74 - 92 - 0.61 - Mo %3(3):294nm 3)//264 0.49 0.011 1.63 0.007 0.67 -0.044 90.6 -0.007 0.63 0.012 313.2594nm 3)/264 0.45 -0.026 1.03 -0.190 0.63 -0.014 79.2 -0.065 0.63 0.012 317.0347nm 3)//264 0.45 -0.026 1.03 -0.190 0.63 -0.017 0.007 0.55 -0.043 0.55 -0.015 19.4 0.016 283.3069nm 3)/264 21.7 0.002 58.3 -0.067 27.5 0.060 38.7 -0.015 19.4 0.016 280.199nm 3)//264 23.2 0.032 65.8 -0.014 28.0 0.067 38.7 -0.015 20.2 0.032 317.58 - - CBW0710* CBW0710* CBW0710* CBW0710* CBW0710* CBW0735* CR \$ 28/26 0.0 | | 249.678nm 测定值 | 52.5 | 0.057 | 87.1 | -0.019 | 4.92 | 0.029 | 36.3 | 0.041 | 48.6 | -0.021 |
| Mag Strategy and mig/mig/mig/mig/mig/mig/mig/mig/mig/mig/ | | 认定值 | 0.48 | _ | 1.6 | _ | 0.74 | - | 92 | _ | 0.61 | _ |
| Mo 313.2594nm 潮定値 0.49 0.011 1.63 0.007 0.047 -0.044 79.2 -0.055 0.033 0.012 317.0347m 潮定値 0.45 -0.026 1.03 -0.190 0.63 -0.027 90.6 -0.007 0.55 -0.043 Ph 330.0304m 潮定値 21.7 0.002 65.8 -0.014 27.5 0.006 34.7 -0.016 19.4 0.016 280.090m 潮定値 21.7 0.002 65.8 -0.014 28.0 0.067 38.7 -0.015 20.2 0.034 280.199m 潮定値 21.7 0.002 65.8 -0.014 28.0 0.067 38.7 -0.015 20.2 0.034 第項目 23.2 0.023 65.8 -0.014 28.0 0.067 38.7 -0.015 20.2 0.035 20.15 -0.014 -0.015 -0.015 -0.015 -0.015 -0.015 -0.015 -0.015 -0.015 -0.014 -0.014 -0.014 -0.014 -0.013 <td></td> <td>多线测定值</td> <td>0.49</td> <td>0.011</td> <td>1.63</td> <td>0.007</td> <td>0.67</td> <td>-0.044</td> <td>90.6</td> <td>-0.007</td> <td>0.63</td> <td>0.012</td> | | 多线测定值 | 0.49 | 0.011 | 1.63 | 0.007 | 0.67 | -0.044 | 90.6 | -0.007 | 0.63 | 0.012 |
| 117.0347m10.45-0.0261.03-0.1900.63-0.07090.6-0.0700.055-0.041Ph6.8-04-40-18.7-283.069m21.70.00265.8-0.01427.50.06033.7-0.01519.40.016280.199m21.20.02265.8-0.06727.50.06034.7-0.01519.40.016280.199m21.20.03265.8-0.01725.00.06034.7-0.01520.5-0.01570070070.7 <td>Мо</td> <td>313.2594nm 测定值</td> <td>0.49</td> <td>0.011</td> <td>1.63</td> <td>0.007</td> <td>0.67</td> <td>-0.044</td> <td>79.2</td> <td>-0.065</td> <td>0.63</td> <td>0.012</td> | Мо | 313.2594nm 测定值 | 0.49 | 0.011 | 1.63 | 0.007 | 0.67 | -0.044 | 79.2 | -0.065 | 0.63 | 0.012 |
| Net Net <td></td> <td>317.0347nm 测定值</td> <td>0.45</td> <td>-0.026</td> <td>1.03</td> <td>-0.190</td> <td>0.63</td> <td>-0.072</td> <td>90.6</td> <td>-0.007</td> <td>0.55</td> <td>-0.043</td> | | 317.0347nm 测定值 | 0.45 | -0.026 | 1.03 | -0.190 | 0.63 | -0.072 | 90.6 | -0.007 | 0.55 | -0.043 |
| Ph 283.3069nm 280.199nm 調定值21.70.00265.8-0.01427.50.06038.7-0.01519.40.016280.199nm 37223.20.03265.8-0.01428.00.06738.7-0.01520.20.0347879.0123.20.03265.8-0.01428.00.06738.7-0.01520.20.0347879.178.77.87 <td< td=""><td></td><td>认定值</td><td>21.6</td><td>_</td><td>68</td><td>_</td><td>24</td><td>_</td><td>40</td><td>_</td><td>18.7</td><td>_</td></td<> | | 认定值 | 21.6 | _ | 68 | _ | 24 | _ | 40 | _ | 18.7 | _ |
| Pb 283.3069nm 测定值 21.7 0.002 58.3 -0.067 27.5 0.060 34.7 -0.015 20.2 0.034 280.199nm 测定值 23.2 0.032 65.8 -0.014 28.0 0.067 38.7 -0.015 20.2 0.034 \overline{M} \overline{M} \overline{CB} \overline | ы | 多线测定值 | 21.7 | 0.002 | 65.8 | -0.014 | 27.5 | 0.060 | 38.7 | -0.015 | 19.4 | 0.016 |
| <table-container>280.199nm 测定值23.20.03265.8-0.01428.00.06738.7-0.01520.20.034 <br <="" td=""/><td>Pb</td><td>283.3069nm 测定值</td><td>21.7</td><td>0.002</td><td>58.3</td><td>-0.067</td><td>27.5</td><td>0.060</td><td>34.7</td><td>-0.061</td><td>19.4</td><td>0.016</td></table-container> | Pb | 283.3069nm 测定值 | 21.7 | 0.002 | 58.3 | -0.067 | 27.5 | 0.060 | 34.7 | -0.061 | 19.4 | 0.016 |
| | | 280.199nm 测定值 | 23.2 | 0.032 | 65.8 | -0.014 | 28.0 | 0.067 | 38.7 | -0.015 | 20.2 | 0.034 |
| | | | | | | | | | | | | |
| Π_{π} Π_{η} Π_{η} Π_{π} < | | Т | GBW0 |)7457 | GBW0 | 07105 | GBW0 | 07107 | GBW0 | 7307a | GBW0 | 07358 |
| Bit Number 1 Disclic bosching Disclic bosching <thdisclic bosc<="" boschin="" td=""><td>待测</td><td></td><td>GBW0 元麦今景</td><td>07457</td><td>GBW0 元麦今島</td><td>07105</td><td>GBW(元麦今景</td><td>07107</td><td>GBW0 元麦今島</td><td>7307a</td><td>GBW0 元麦今景</td><td>07358</td></thdisclic> | 待测 | | GBW0 元麦今景 | 07457 | GBW0 元麦今島 | 07105 | GBW(元麦今景 | 07107 | GBW0 元麦今島 | 7307a | GBW0 元麦今景 | 07358 |
| Ag | 待测 元素 | 项目 | GBW0 元素含量 测定值 |)7457 ∧lgC | GBW0 元素含量 测定值 | 07105 | GBW0 元素含量 测定值 |)7107 ∧lgC | GBW0 元素含量 测定值 | 7307a ∧lgC | GBW0 元素含量 测定值 |)7358 ∧lgC |
| Ag 多线测定值 0.12 -0.028 0.046 0.064 0.043 -0.038 1.2 0.003 0.135 -0.014 328.068nm 测定值 0.12 -0.028 0.046 0.064 0.043 -0.038 1.3 0.023 0.135 -0.014 338.289nm 测定值 0.11 -0.054 0.044 0.042 0.025 -0.280 1.2 0.003 0.129 -0.037 Sn 私定值 8.7 - 2 - 2.55 - 2.55 - 2.55 - 0.051 2.16 0.033 2.36 -0.025 2.17 -0.061 317.502nm 测定值 9.24 0.026 2.66 0.124 2.16 0.033 2.36 -0.025 2.17 -0.061 283.999nm 测定值 8.88 0.002 2.66 0.124 2.34 0.067 2.18 -0.055 2.17 -0.061 249.73nm 测定值 68.8 0.032 3.77 0.033 152 -0.006 202 0.016 <td>待测 元素</td> <td>项目</td> <td>GBW0 元素含量 测定值 (µg/g)</td> <td>07457 ∆lgC</td> <td>GBW0 元素含量 测定值 (µg/g)</td> <td>07105 ∆lgC</td> <td>GBW0 元素含量 测定值 (µg/g)</td> <td>07107 ∆lgC</td> <td>GBW0 元素含量 测定值 (µg/g)</td> <td>7307a ∆lgC</td> <td>GBW0 元素含量 测定值 (µg/g)</td> <td>07358 ∆lgC</td> | 待测 元素 | 项目 | GBW0 元素含量 测定值 (µg/g) | 07457 ∆lgC | GBW0 元素含量 测定值 (µg/g) | 07105 ∆lgC | GBW0 元素含量 测定值 (µg/g) | 07107 ∆lgC | GBW0 元素含量 测定值 (µg/g) | 7307a ∆lgC | GBW0 元素含量 测定值 (µg/g) | 07358 ∆lgC |
| Ag 328.068nm 测定值 0.12 -0.028 0.046 0.064 0.043 -0.038 1.3 0.023 0.135 -0.014 338.289nm 测定值 0.11 -0.054 0.044 0.042 0.025 -0.280 1.2 0.003 0.129 -0.037 Sn | 待测 元素 | 项目 | GBW0 元素含量 测定值 (µg/g) 0.13 | 07457 ∆lgC | GBW0 元素含量 测定值 (µg/g) 0.04 | 07105 △lgC | GBW0 元素含量 测定值 (µg/g) 0.047 | 07107 △lgC | GBW0 ⁷ 元素含量 测定值 (µg/g) 1.2 | 7307a ∆lgC | GBWC 元素含量 测定值 (µg/g) 0.14 | 07358 △lgC |
| 338.289nm 測定値0.11-0.0540.0440.0420.025-0.2801.20.0030.129-0.037A2-2-2.5-2.5-2.552.552.552.552.552.552.552.552.550.061317.502nm 测定值9.240.0262.660.1242.160.0332.36-0.0252.17-0.061283.999nm 测定值8.880.0092.660.1242.340.0672.18-0.0602.17-0.061249.773nm 测定值68.80.0323.770.033152-0.0062020.01657.90.038249.678nm 测定值68.80.0323.770.033137-0.0512040.01957.90.038249.678nm 测定值81.50.1054.770.135152-0.0062020.01657.60.037Moýšý测定值1.02-0.0652.610.0010.350.0060.76-0.0310.91-0.016313.2594nm 测定值1.02-0.0653.330.1080.350.0060.76-0.0310.91-0.016313.2594nm 测定值0.87-0.1302.610.0010.570.2130.67-0.0880.87-0.033Ph-0.1302 | 待测元素 | 项目 认定值 多线测定值 | GBW0 元素含量 测定值 (µg/g) 0.13 0.12 | 07457 △lgC - -0.028 | GBW0 元素含量 测定值 (µg/g) 0.04 0.046 | 07105 △lgC - 0.064 | GBW0 元素含量 测定值 (µg/g) 0.047 0.043 | 07107 △ lgC - - 0.038 | GBW0 ⁷ 元素含量 测定值 (µg/g) 1.2 1.2 | 7307a △lgC - 0.003 | GBW0 元素含量 测定值 (µg/g) 0.14 0.135 | 07358 △lgC - -0.014 |
| Nn 认定值 8.7 - 2 - 2 - 2.5 - 2.5 - Sn 多线测定值 8.88 0.009 2.53 0.102 2.16 0.033 2.36 -0.025 2.17 -0.061 317.502nm 测定值 9.24 0.026 2.66 0.124 2.16 0.033 2.36 -0.025 2.17 -0.061 283.999nm 测定值 8.88 0.009 2.66 0.124 2.34 0.067 2.18 -0.060 2.17 -0.061 B 3/7 0.033 152 -0.006 202 0.016 57.9 0.038 249.773nm 测定值 68.8 0.032 3.77 0.033 137 -0.051 204 0.019 57.9 0.038 249.773nm 测定值 68.8 0.032 3.77 0.135 152 -0.006 202 0.016 57.6 0.037 Mo 313.2594nm 测定值 81.5 0.105 4.77 0.135 152 | 待测 元素 Ag | 项目 认定值 多线测定值 328.068nm 测定值 | GBW0 元素含量 测定值 (µg/g) 0.13 0.12 0.12 |)7457 △ lgC - - 0.028 - 0.028 | GBW0 元素含量 测定值 (µg/g) 0.04 0.046 0.046 | 07105 △ lgC - 0.064 0.064 | GBW(元素含量 测定值 (µg/g) 0.047 0.043 0.043 | /7107 △ lgC - - 0. 038 - 0. 038 | GBW0 ⁷ 元素含量 测定值 (µg/g) 1.2 1.2 1.3 | 7307a △ lgC - 0.003 0.023 | GBW0 元素含量 测定值 (µg/g) 0.14 0.135 0.135 | 77358 △ lgC - - 0. 014 - 0. 014 |
| Sn多线测定值8.880.0092.530.1022.160.0332.36-0.0252.17-0.061317.502nm 测定值9.240.0262.660.1242.160.0332.36-0.0252.17-0.061283.999nm 测定值8.880.0092.660.1242.340.0672.18-0.0602.17-0.061B私定值64-3.5-154-195-53-249.773nm 测定值68.80.0323.770.033137-0.0512040.01957.90.038249.678nm 测定值81.50.1054.770.135152-0.0062020.01657.60.037Moਪੇ定值1.18-2.6-0.35-0.82-0.94-Mo13.2594nm 测定值1.02-0.0652.610.0010.350.0060.76-0.0310.91-0.016313.2594nm 测定值0.87-0.1302.610.0010.570.2130.67-0.0880.87-0.031MoÁk定值1.02-0.0653.330.1080.350.0060.76-0.0310.91-0.016317.0347nm 测定值0.87-0.1302.610.0010.570.2130.67-0.0880.87-0.033Ph糸定值50.7-0.0807.830.0367.77-0.0496300.055203-0.015283.3069nm 测定值50.1-0.086 <td>待测 元素 Ag</td> <td>项目 认定值 多线测定值 328.068nm 测定值 338.289nm 测定值</td> <td>GBW0 元素含量 测定值 (µg/g) 0.13 0.12 0.12 0.11</td> <td> △ lgC - - 0.028 - 0.028 - 0.054 </td> <td>GBW0 元素含量 测定值 (µg/g) 0.04 0.046 0.046 0.044</td> <td> D7105 △ lgC - 0.064 0.064 0.042 </td> <td>GBW0 元素含量 测定值 (µg/g) 0.047 0.043 0.043 0.025</td> <td>/7107 △ lgC - - 0. 038 - 0. 038 - 0. 280</td> <td>GBW0[*] 元素含量 测定值 (µg/g) 1.2 1.2 1.3 1.2</td> <td>7307 a △ lgC - 0.003 0.023 0.003</td> <td>GBW0 元素含量 测定值 (µg/g) 0.14 0.135 0.135 0.129</td> <td>77358 △ lgC - - 0. 014 - 0. 014 - 0. 037</td> | 待测 元素 Ag | 项目 认定值 多线测定值 328.068nm 测定值 338.289nm 测定值 | GBW0 元素含量 测定值 (µg/g) 0.13 0.12 0.12 0.11 | △ lgC - - 0.028 - 0.028 - 0.054 | GBW0 元素含量 测定值 (µg/g) 0.04 0.046 0.046 0.044 | D7105 △ lgC - 0.064 0.064 0.042 | GBW0 元素含量 测定值 (µg/g) 0.047 0.043 0.043 0.025 | /7107 △ lgC - - 0. 038 - 0. 038 - 0. 280 | GBW0 [*] 元素含量 测定值 (µg/g) 1.2 1.2 1.3 1.2 | 7307 a △ lgC - 0.003 0.023 0.003 | GBW0 元素含量 测定值 (µg/g) 0.14 0.135 0.135 0.129 | 77358 △ lgC - - 0. 014 - 0. 014 - 0. 037 |
| Sh 317.502nm 测定值 9.24 0.026 2.66 0.124 2.16 0.033 2.36 -0.025 2.17 -0.061 283.999nm 测定值 8.88 0.009 2.66 0.124 2.34 0.067 2.18 -0.060 2.17 -0.061 B | 待测 元素 Ag | 项目 认定值 多线测定值 328.068nm 测定值 338.289nm 测定值 认定值 | GBW0 元素含量 测定值 (µg/g) 0.13 0.12 0.12 0.11 8.7 | D7457 △ lgC 0. 028 - 0. 028 - 0. 054 - | GBW0 元素含量 测定值 (μg/g) 0.04 0.046 0.046 0.044 2 | - 0.064 0.064 0.042 - | GBW0 元素含量 测定值 (μg/g) 0.047 0.043 0.043 0.043 2 | 77107 △ lgC - - 0. 038 - 0. 038 - 0. 280 - | GBW0 ⁷ 元素含量 测定值 (µg/g) 1.2 1.2 1.3 1.2 2.5 | 7307 a △ lgC - 0.003 0.023 0.003 - | GBW0 元素含量 测定值 (μg/g) 0.14 0.135 0.135 0.135 0.129 2.5 | 77358 △ lgC - - 0. 014 - 0. 014 - 0. 037 - |
| 283.999nm 测定值 8.88 0.009 2.66 0.124 2.34 0.067 2.18 -0.060 2.17 -0.061 B 认定值 64 - 3.5 - 154 - 195 - 53 - B 多线测定值 68.8 0.032 3.77 0.033 152 -0.006 202 0.016 57.9 0.038 249.773nm 测定值 68.8 0.032 3.77 0.033 137 -0.051 204 0.019 57.9 0.038 249.678nm 测定值 68.8 0.032 3.77 0.135 152 -0.006 202 0.016 57.9 0.038 Mo Á定值 1.18 - 2.6 - 0.35 - 0.82 - 0.94 - Mo 多线测定值 1.02 -0.065 2.61 0.001 0.35 0.006 0.76 -0.031 0.91 -0.016 313.2594nm 测定值 1.02 -0.065 3.33 | 待测 元素 Ag | 项目 认定值 多线测定值 328.068nm 测定值 338.289nm 测定值 认定值 多线测定值 | GBW0 元素含量 测定值 (µg/g) 0.13 0.12 0.12 0.11 8.7 8.88 | △ lgC - - 0. 028 - 0. 028 - 0. 054 - 0. 009 | GBW0 元素含量 测定值 (µg/g) 0.04 0.046 0.046 0.044 2 2.53 | D7105 △ lgC - 0.064 0.064 0.042 - 0.102 | GBW0 元素含量 测定值 (µg/g) 0.047 0.043 0.043 0.025 2 2.16 | /7107 △ lgC - - 0. 038 - 0. 038 - 0. 280 - 0. 033 | GBW0 ⁷ 元素含量 测定值 (µg/g) 1.2 1.2 1.3 1.2 2.5 2.36 | 7307 a △ lgC - 0.003 0.023 0.003 - - 0.025 | GBW0 元素含量 测定值 (µg/g) 0.14 0.135 0.135 0.135 0.129 2.5 2.17 | 77358 △ lgC - - 0. 014 - 0. 014 - 0. 037 - - 0. 061 |
| | 待测 元素 Ag Sn | 项目 | GBW0 元素含量 测定值 (µg/g) 0.13 0.12 0.12 0.11 8.7 8.88 9.24 | →lgC - -0.028 -0.028 -0.054 - 0.009 0.026 | GBW0 元素含量 测定值 (µg/g) 0.04 0.046 0.046 0.046 0.044 2 2.53 2.66 | → lgC - 0.064 0.064 0.042 - 0.102 0.124 | GBW0 元素含量 测定值 (μg/g) 0.047 0.043 0.043 0.043 0.025 2 2.16 2.16 | 77107 △ lgC - - 0. 038 - 0. 038 - 0. 280 - 0. 033 0. 033 | GBW0 [*] 元素含量 測定值 (μg/g) 1.2 1.2 1.3 1.2 2.5 2.36 2.36 | 7307 a △ lgC - 0.003 0.023 0.003 - - 0.025 - 0.025 | GBW0 元素含量 測定值 (μg/g) 0.14 0.135 0.135 0.135 0.129 2.5 2.17 2.17 | 77358 △ lgC - - 0. 014 - 0. 014 - 0. 037 - - 0. 061 - 0. 061 |
| B 多线测定值 68.8 0.032 3.77 0.033 152 -0.006 202 0.016 57.9 0.038 249.773nm 测定值 68.8 0.032 3.77 0.033 137 -0.051 204 0.019 57.9 0.038 249.773nm 测定值 81.5 0.105 4.77 0.135 152 -0.006 202 0.016 57.6 0.037 449.678nm 测定值 1.18 - 2.6 - 0.35 - 0.82 - 0.94 - Mo 多线测定值 1.02 -0.065 2.61 0.001 0.35 0.006 0.76 -0.031 0.91 -0.016 313.2594nm 测定值 1.02 -0.065 3.33 0.108 0.35 0.006 0.76 -0.031 0.91 -0.016 317.0347nm 测定值 0.87 -0.130 2.61 0.001 0.57 0.213 0.67 -0.088 0.87 -0.033 Pb 私定值 - 7.2 | 待测 元素 Ag Sn | 项目 认定值 多线测定值 328.068nm 测定值 338.289nm 测定值 认定值 多线测定值 317.502nm 测定值 283.999nm 测定值 | GBW0 元素含量 测定值 (μg/g) 0.13 0.12 0.12 0.11 8.7 8.88 9.24 8.88 | → lgC | GBW0 元素含量 测定值 (µg/g) 0.04 0.046 0.046 0.046 2.53 2.66 2.66 | - 0.064 0.064 0.042 - 0.102 0.124 0.124 | GBW0 元素含量 测定值 (µg/g) 0.047 0.043 0.043 0.043 0.025 2 2.16 2.16 2.34 | | GBW0 ⁷ 元素含量 测定值 (µg/g) 1.2 1.2 1.3 1.2 2.5 2.36 2.36 2.18 | 7307 a △ lgC - 0.003 0.023 0.003 - - 0.025 - 0.025 - 0.025 - 0.060 | GBW0 元素含量 测定值 (μg/g) 0.14 0.135 0.135 0.135 0.129 2.5 2.17 2.17 2.17 | 77358 △ lgC - - 0. 014 - 0. 014 - 0. 037 - - 0. 061 - 0. 061 - 0. 061 |
| B 249.773nm 測定值 68.8 0.032 3.77 0.033 137 -0.051 204 0.019 57.9 0.038 249.678nm 測定值 81.5 0.105 4.77 0.135 152 -0.006 202 0.016 57.6 0.037 Mo | 待测 元素 Ag Sn | 项目 | GBW0 元素含量 测定值 (μg/g) 0.13 0.12 0.12 0.12 0.11 8.7 8.88 9.24 8.88 9.24 | D7457 △ lgC 0. 028 - 0. 028 - 0. 054 - 0. 009 0. 026 0. 009 - | GBW0 元素含量 测定值 (µg/g) 0.04 0.046 0.046 0.046 2.53 2.66 2.66 3.5 | 77105 △ lgC - 0.064 0.064 0.064 0.042 - 0.102 0.124 0.124 - | GBW0 元素含量 测定值 (µg/g) 0.047 0.043 0.043 0.043 0.043 2.043 2.16 2.16 2.34 154 | 77107 △ lgC - - 0. 038 - 0. 038 - 0. 038 - 0. 033 0. 033 0. 067 - | GBW0 ⁷ 元素含量 测定值 (μg/g) 1.2 1.2 1.3 1.2 2.5 2.36 2.36 2.18 195 | 7307 a △ lgC - 0.003 0.023 0.003 - - 0.025 - 0.025 - 0.025 - 0.060 - | GBW0 元素含量 测定值 (μg/g) 0.14 0.135 0.135 0.135 0.129 2.5 2.17 2.17 2.17 53 | 77358 △ lgC - - 0. 014 - 0. 014 - 0. 037 - - 0. 061 - 0. 061 - 0. 061 |
| 249.678nm 测定值 81.5 0.105 4.77 0.135 152 -0.006 202 0.016 57.6 0.037 Mo 认定值 1.18 - 2.6 - 0.35 - 0.82 - 0.94 - Mo 多线测定值 1.02 -0.065 2.61 0.001 0.35 0.006 0.76 -0.031 0.91 -0.016 313.2594nm 测定值 1.02 -0.065 3.33 0.108 0.35 0.006 0.76 -0.031 0.91 -0.016 317.0347nm 测定值 0.87 -0.130 2.61 0.001 0.57 0.213 0.67 -0.088 0.87 -0.033 Pb K定值 61 - 7.2 - 8.7 - 555 - 210 - Pb 多线测定值 50.7 -0.080 7.83 0.036 7.77 -0.049 630 0.055 203 -0.015 280.100mm 测定值 50.1 -0.086 7.83 | 待测 元素 Ag Sn | 项目 | GBW0 元素含量 测定值 (µg/g) 0.13 0.12 0.12 0.12 0.11 8.7 8.88 9.24 8.88 64 64 68.8 | D7457 △ lgC 0. 028 - 0. 028 - 0. 054 - 0. 009 0. 026 0. 009 - 0. 032 | GBW0 元素含量 测定值 (µg/g) 0.04 0.046 0.046 0.046 0.044 2 2.53 2.66 2.66 3.5 3.77 | D7105 △ lgC - 0.064 0.064 0.042 - 0.102 0.124 0.124 - 0.033 | GBW0 元素含量 测定值 (µg/g) 0.047 0.043 0.043 0.043 0.025 2 2.16 2.16 2.34 154 152 | 77107 △ lgC 0. 038 - 0. 038 - 0. 280 - 0. 033 0. 033 0. 067 0. 006 | GBW0 [*] 元素含量 測定值 (μg/g) 1.2 1.2 1.3 1.2 2.5 2.36 2.36 2.18 195 202 | 7307 a △ lgC - 0.003 0.023 0.003 - - 0.025 - 0.025 - 0.060 - 0.016 | GBW0 元素含量 測定值 (μg/g) 0.14 0.135 0.135 0.135 0.135 0.129 2.5 2.17 2.17 2.17 2.17 53 57.9 | 77358 △ lgC - - 0. 014 - 0. 014 - 0. 037 - - 0. 061 - 0. 061 - 0. 061 - 0. 038 |
| 払定值 1.18 - 2.6 - 0.35 - 0.82 - 0.94 - Mo 多线测定值 1.02 -0.065 2.61 0.001 0.35 0.006 0.76 -0.031 0.91 -0.016 313.2594nm 测定值 1.02 -0.065 3.33 0.108 0.35 0.006 0.76 -0.031 0.91 -0.016 317.0347nm 测定值 0.87 -0.130 2.61 0.001 0.57 0.213 0.67 -0.088 0.87 -0.033 Pb 认定值 61 - 7.2 - 8.7 - 555 - 210 - Pb 多线测定值 50.7 -0.080 7.83 0.036 7.77 -0.049 630 0.055 203 -0.015 283.3069nm 测定值 50.1 -0.086 7.83 0.036 7.77 -0.049 474 -0.069 183 -0.060 280.100mm 测定值 50.7 0.080 8.34 0.064< | 待测 元素 Ag Sn | 项目 | GBW0 元素含量 测定值 (μg/g) 0.13 0.12 0.12 0.11 8.7 8.88 9.24 8.88 64 68.8 68.8 | →lgC - 0.028 - 0.028 - 0.028 - 0.054 - 0.009 0.026 0.009 - 0.032 0.032 | GBW0 元素含量 测定值 (μg/g) 0.04 0.046 0.046 0.046 2.53 2.66 2.66 3.5 3.77 3.77 | 77105 △lgC - 0.064 0.064 0.042 - 0.102 0.124 0.124 - 0.033 0.033 | GBW0 元素含量 测定值 (μg/g) 0.047 0.043 0.043 0.043 0.025 2 2.16 2.16 2.34 154 152 137 | | GBW0 ⁷ 元素含量 測定值 (μg/g) 1.2 1.2 1.3 1.2 2.5 2.36 2.36 2.18 195 202 204 | 7307 a △ lgC - 0.003 0.023 0.003 - 0.025 -0.025 -0.025 -0.060 - 0.016 0.019 | GBW0 元素含量 測定值 (μg/g) 0.14 0.135 0.135 0.135 0.129 2.5 2.17 2.17 2.17 2.17 53 57.9 57.9 | 77358 △ lgC - - 0. 014 - 0. 014 - 0. 037 - - 0. 061 - 0. 061 - 0. 061 - 0. 038 0. 038 |
| Mo 多线测定值 1.02 -0.065 2.61 0.001 0.35 0.006 0.76 -0.031 0.91 -0.016 313.2594nm 测定值 1.02 -0.065 3.33 0.108 0.35 0.006 0.76 -0.031 0.91 -0.016 313.2594nm 测定值 0.87 -0.130 2.61 0.001 0.57 0.213 0.67 -0.031 0.91 -0.016 317.0347nm 测定值 61 - 7.2 - 8.7 - 555 - 210 - Pb 多线测定值 50.7 -0.080 7.83 0.036 7.77 -0.049 630 0.055 203 -0.015 283.3069nm 测定值 50.1 -0.086 7.83 0.036 7.77 -0.049 474 -0.069 183 -0.060 280.100mm 测定值 50.7 0.080 8.34 0.064 0.090 0.060 630 0.055 203 -0.016 | 待测 元素 Ag Sn B | 项目 认定值 多线测定值 328.068nm 测定值 338.289nm 测定值 认定值 多线测定值 317.502nm 测定值 283.999nm 测定值 认定值 多线测定值 40.773nm 测定值 249.678nm 测定值 | GBW0 元素含量 测定值 (μg/g) 0.13 0.12 0.12 0.11 8.7 8.88 9.24 8.88 64 68.8 68.8 68.8 81.5 | → lgC | GBW0 元素含量 测定值 (μg/g) 0.04 0.046 0.046 0.046 0.044 2 2.53 2.66 2.66 3.5 3.77 3.77 4.77 | → lgC - 0.064 0.064 0.042 - 0.102 0.124 0.124 - 0.033 0.033 0.135 | GBW0 元素含量 测定值 (μg/g) 0.047 0.043 0.043 0.043 0.043 2.16 2.16 2.16 2.34 154 152 137 152 | $\begin{array}{c} & - & - \\ & - & 0.038 \\ & - & 0.038 \\ & - & 0.038 \\ & - & 0.280 \\ & - \\ & 0.033 \\ & 0.033 \\ & 0.067 \\ & - \\ & - & 0.006 \\ & - & 0.051 \\ & - & 0.006 \end{array}$ | GBW0 ⁷ 元素含量 测定值 (μg/g) 1.2 1.2 1.3 1.2 2.5 2.36 2.36 2.36 2.18 195 202 204 202 | 7307 a △ lgC - 0.003 0.023 0.003 - - 0.025 - 0.025 - 0.060 - 0.016 0.019 0.016 | GBW0 元素含量 测定值 (μg/g) 0.14 0.135 0.135 0.135 0.135 0.129 2.5 2.17 2.17 2.17 2.17 53 57.9 57.9 57.6 | 77358 △ lgC - - 0. 014 - 0. 014 - 0. 014 - 0. 037 - - 0. 061 - 0. 061 - 0. 061 - 0. 038 0. 038 0. 037 |
| M0 313.2594nm 測定值 1.02 -0.065 3.33 0.108 0.35 0.006 0.76 -0.031 0.91 -0.016 317.0347nm 測定值 0.87 -0.130 2.61 0.001 0.57 0.213 0.67 -0.088 0.87 -0.033 Pb | 待测 元素 Ag Sn B | 项目 | GBW0 元素含量 测定值 (μg/g) 0.13 0.12 0.12 0.12 0.11 8.7 8.88 9.24 8.88 64 68.8 68.8 68.8 81.5 1.18 | 77457 △ lgC 0. 028 - 0. 028 - 0. 054 - 0. 009 0. 026 0. 009 - 0. 032 0. 032 0. 105 - | GBW0 元素含量 测定值 (μg/g) 0.04 0.046 0.046 0.046 0.044 2 2.53 2.66 2.66 3.5 3.77 3.77 4.77 2.6 | 77105 △ lgC - 0.064 0.064 0.064 0.042 - 0.102 0.124 0.124 - 0.033 0.033 0.135 - | GBW0 元素含量 测定值 (μg/g) 0.047 0.043 0.043 0.043 0.043 0.043 2.16 2.16 2.16 2.34 154 152 137 152 0.35 | 77107 △ lgC - - 0. 038 - 0. 038 - 0. 038 - 0. 033 0. 033 0. 033 0. 067 - - 0. 006 - 0. 051 - 0. 006 - 0. 006 | GBW0 ⁷ 元素含量 测定值 (μg/g) 1.2 1.3 1.2 2.5 2.36 2.36 2.36 2.18 195 202 204 202 204 202 0.82 | 7307 a △ lgC - 0.003 0.023 0.003 - - 0.025 - 0.025 - 0.025 - 0.025 - 0.060 - 0.016 0.019 0.016 - - | GBW0 元素含量 测定值 (μg/g) 0.14 0.135 0.135 0.135 0.129 2.5 2.17 2.17 2.17 2.17 53 57.9 57.9 57.6 0.94 | 77358 △ lgC - - 0. 014 - 0. 014 - 0. 037 - - 0. 061 - 0. 061 - 0. 061 - 0. 038 0. 038 0. 037 - |
| 317.0347nm 測定値 0.87 -0.130 2.61 0.001 0.57 0.213 0.67 -0.088 0.87 -0.033 Np 认定值 61 - 7.2 - 8.7 - 555 - 210 - Pb 多线测定值 50.7 -0.080 7.83 0.036 7.77 -0.049 630 0.055 203 -0.015 283.3069nm 测定值 50.1 -0.086 7.83 0.036 7.77 -0.049 474 -0.069 183 -0.060 280.100mm 测定值 50.7 0.080 8.34 0.064 0.090 0.060 630 0.055 203 0.015 | 待测 元素 Ag Sn B | 项目 | GBW0 元素含量 测定值 (μg/g) 0.13 0.12 0.12 0.11 8.7 8.88 9.24 8.88 9.24 8.88 64 68.8 68.8 81.5 1.18 1.02 | $\begin{array}{c} & $ $ $ $ $ $ $ $ $ $ $ $ $ $ $ $ $ $ $ | GBW0 元素含量 测定值 (μg/g) 0.04 0.046 0.046 0.046 0.046 2.53 2.66 2.66 3.5 3.77 3.77 4.77 2.6 2.61 | 77105 △lgC - 0.064 0.064 0.064 0.042 - 0.102 0.124 0.124 0.124 - 0.033 0.033 0.135 - 0.001 | GBW0 元素含量 测定值 (μg/g) 0.047 0.043 0.043 0.043 0.025 2 2.16 2.16 2.34 154 152 137 152 0.35 0.35 | $\begin{array}{c} & - & - \\ & - & 0.038 \\ & - & 0.038 \\ & - & 0.280 \\ & - \\ & 0.033 \\ & 0.033 \\ & 0.033 \\ & 0.067 \\ & - \\ & - & 0.006 \\ & - & 0.051 \\ & - & 0.006 \\ & - \\ & 0.006 \end{array}$ | GBW0 ⁰ 元素含量 測定值 (μg/g) 1.2 1.2 1.3 1.2 2.5 2.36 2.36 2.36 2.18 195 202 204 202 204 202 0.82 0.76 | 7307 a △ lgC - 0.003 0.023 0.003 - - 0.025 - 0.025 - 0.025 - 0.060 - 0.016 0.019 0.016 - - - 0.031 | GBW0 元素含量 測定值 (μg/g) 0.14 0.135 0.135 0.135 0.129 2.5 2.17 2.17 2.17 2.17 53 57.9 57.9 57.6 0.94 0.91 | $\begin{array}{c} & & & \\$ |
| 认定值 61 - 7.2 - 8.7 - 555 - 210 - Pb 多线测定值 50.7 -0.080 7.83 0.036 7.77 -0.049 630 0.055 203 -0.015 283.3069nm 测定值 50.1 -0.086 7.83 0.036 7.77 -0.049 474 -0.069 183 -0.060 280.100mm 测定值 50.7 -0.080 8.34 0.064 0.090 0.060 630 0.055 203 -0.015 | 待测 元素 Ag Sn B Mo | 项目 认定值 多线测定值 328.068nm 测定值 338.289nm 测定值 认定值 多线测定值 317.502nm 测定值 283.999nm 测定值 175.02nm 测定值 283.999nm 测定值 283.999nm 测定值 283.999nm 测定值 283.999nm 测定值 认定值 多线测定值 249.678nm 测定值 认定值 多线测定值 313.2594nm 测定值 | GBW0 元素含量 测定值 (μg/g) 0.13 0.12 0.12 0.12 0.11 8.7 8.88 9.24 8.88 64 64 68.8 68.8 81.5 1.18 1.02 1.02 | $\begin{array}{c} & \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ $ | GBW0 元素含量 测定值 (μg/g) 0.04 0.046 0.046 0.046 0.046 2.53 2.66 2.66 3.5 3.77 3.77 4.77 2.6 2.61 3.33 | D7105 △ lgC - 0.064 0.064 0.042 - 0.102 0.124 0.124 0.124 - 0.033 0.033 0.135 - 0.001 0.108 | GBW0 元素含量 测定值 (μg/g) 0.047 0.043 0.043 0.043 0.025 2 2.16 2.16 2.16 2.34 154 152 137 152 0.35 0.35 0.35 | $\begin{array}{c} & - \\ & - \\ & - \\ & - \\ & - \\ & - \\ & 0. \\ & 038 \\ & - \\ & 0. \\ & 033 \\ & 0. \\ & 033 \\ & 0. \\ & 033 \\ & 0. \\ & 033 \\ & 0. \\ & 033 \\ & 0. \\ & 033 \\ & 0. \\ & 033 \\ & 0. \\ & 033 \\ & 0. \\ & 033 \\ & 0. \\ & 033 \\ & 0. \\ & 033 \\ & 0. \\ & 0. \\ & 0. \\ & 006 \\ & 0. \\ & 006 \end{array}$ | GBW0 ⁷ 元素含量 測定值 (μg/g) 1.2 1.2 1.3 1.2 2.5 2.36 2.36 2.36 2.36 2.18 195 202 204 202 204 202 0.82 0.76 0.76 | 7307 a △ lgC - 0.003 0.023 0.003 - - 0.025 - 0.025 - 0.025 - 0.060 - 0.016 0.019 0.016 - - 0.031 - 0.031 | GBW0 元素含量 测定值 (μg/g) 0.14 0.135 0.135 0.135 0.135 0.129 2.5 2.17 2.17 2.17 2.17 53 57.9 57.9 57.9 57.6 0.94 0.91 0.91 | $\begin{array}{c} & & & \\$ |
| Pb 多线测定值 50.7 -0.080 7.83 0.036 7.77 -0.049 630 0.055 203 -0.015 283.3069nm 测定值 50.1 -0.086 7.83 0.036 7.77 -0.049 630 0.055 203 -0.015 280.100 mm 测定值 50.7 -0.080 7.83 0.036 7.77 -0.049 474 -0.069 183 -0.060 | 待测 元素 Ag Sn B Mo | 项目 认定值 多线测定值 328.068nm 测定值 338.289nm 测定值 认定值 多线测定值 317.502nm 测定值 249.678nm 测定值 249.678nm 测定值 认定值 多线测定值 313.2594nm 测定值 317.0347nm 测定值 | GBW0 元素含量 测定值 (μg/g) 0.13 0.12 0.12 0.12 0.11 8.7 8.88 9.24 8.88 64 68.8 64 68.8 81.5 1.18 1.02 1.02 0.87 | $\begin{array}{c} & $ -1 \ \text{gC} \\ \hline \\ - \ 0.028 \\ - \ 0.028 \\ - \ 0.028 \\ - \ 0.054 \\ \hline \\ - \\ 0.009 \\ \hline \\ 0.026 \\ 0.009 \\ \hline \\ - \\ 0.032 \\ 0.032 \\ 0.032 \\ 0.105 \\ \hline \\ - \\ - \ 0.065 \\ - \ 0.065 \\ - \ 0.130 \\ \end{array}$ | GBW0 元素含量 测定值 (μg/g) 0.04 0.046 0.046 0.046 0.046 2.53 2.66 2.66 3.5 3.77 3.77 4.77 2.6 2.61 3.33 2.61 | 77105 △ lgC - 0.064 0.064 0.064 0.042 - 0.102 0.124 0.124 - 0.033 0.033 0.135 - 0.001 0.108 0.001 | GBW0 元素含量 测定值 (μg/g) 0.047 0.043 0.043 0.043 0.043 0.025 2 2.16 2.16 2.16 2.34 154 152 137 152 0.35 0.35 0.35 0.57 | $\begin{array}{c} & 1 \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \$ | GBW0 ⁷ 元素含量 测定值 (μg/g) 1.2 1.3 1.2 2.5 2.36 2.36 2.36 2.36 2.18 195 202 204 202 0.82 0.76 0.76 0.67 | 7307 a $- 1 gC$ $- 0.003$ 0.023 0.003 $- 0.025$ $- 0.025$ $- 0.025$ $- 0.060$ $- 0.016$ 0.019 0.016 $- 0.031$ $- 0.031$ $- 0.088$ | GBW0 元素含量 测定值 (μg/g) 0.14 0.135 0.135 0.135 0.129 2.5 2.17 2.17 2.17 2.17 53 57.9 57.9 57.9 57.6 0.94 0.91 0.91 0.87 | $\begin{array}{c} & 17358 \\ & & 1 \text{gC} \\ & - \\ & - 0.014 \\ & - 0.014 \\ & - 0.037 \\ & - \\ & - 0.061 \\ & - 0.061 \\ & - 0.061 \\ & - \\ & 0.038 \\ & 0.038 \\ & 0.038 \\ & 0.037 \\ & - \\ & - 0.016 \\ & - 0.033 \end{array}$ |
| PD 283.3069nm 测定值 50.1 -0.086 7.83 0.036 7.77 -0.049 474 -0.069 183 -0.060 280.100nm 测定值 50.7 0.080 8.34 0.064 0.09 0.060 630 0.055 203 0.015 | 待测 元素 Ag Sn B Mo | 项目 认定值 多线测定值 328.068nm 测定值 328.289nm 测定值 认定值 多线测定值 317.502nm 测定值 317.502nm 测定值 283.999nm 测定值 317.502nm 测定值 249.678nm 测定值 249.773nm 测定值 249.678nm 测定值 313.2594nm 测定值 313.2594nm 测定值 317.0347nm 测定值 认定值 | GBW0 元素含量 测定值 (μg/g) 0.13 0.12 0.12 0.12 0.11 8.7 8.88 9.24 8.88 64 68.8 64 68.8 68.8 81.5 1.18 1.02 1.02 0.87 61 | $\begin{array}{c} & \bigtriangleuplgC \\ & - \\ & - \\ & - \\ & - \\ & - \\ & 0. \\ & 028 \\ & - \\ & 0. \\ & 028 \\ & - \\ & 0. \\ & 028 \\ & - \\ & 0. \\ & 054 \\ \hline \\ & - \\ & 0. \\ & 009 \\ \hline \\ & - \\ & 0. \\ & 026 \\ & 0. \\ & 009 \\ \hline \\ & - \\ & 0. \\ & 026 \\ & 0. \\ & 009 \\ \hline \\ & - \\ & 0. \\ & 032 \\ & 0. \\ & 032 \\ & 0. \\ & 032 \\ & 0. \\ & 032 \\ & 0. \\ & 032 \\ & 0. \\ & 032 \\ & 0. \\ & 032 \\ & 0. \\ & 032 \\ & 0. \\ & 032 \\ & 0. \\ & 032 \\ & 0. \\ & 032 \\ & 0. \\ & 032 \\ & 0. \\ & 0. \\ & 032 \\ & 0. \\ & 0. \\ & 032 \\ & 0. \\ &$ | GBW0 元素含量 测定值 (μg/g) 0.04 0.046 0.046 0.046 0.044 2 2.53 2.66 2.66 3.5 3.77 3.77 4.77 2.6 2.61 3.33 2.61 7.2 | Tr105 | GBW0 元素含量 测定值 (μg/g) 0.047 0.043 0.045 2 2.16 2.16 2.34 152 152 0.35 0.35 0.35 0.35 0.35 0.57 8.7 | $\begin{array}{c} & 1 \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \$ | GBW0 ⁷ 元素含量 测定值 (μg/g) 1.2 1.3 1.2 2.5 2.36 2.36 2.36 2.36 2.36 2.18 195 202 204 202 204 202 0.82 0.76 0.76 0.67 555 | 7307 a △ lgC - 0.003 0.023 0.003 - - 0.025 - 0.031 - 0.031 - 0.031 - 0.088 - | GBW0 元素含量 测定值 (μg/g) 0.14 0.135 0.135 0.135 0.135 0.129 2.5 2.17 2.17 2.17 2.17 53 57.9 57.9 57.9 57.6 0.94 0.91 0.91 0.87 210 | $\begin{array}{c} & 17358 \\ & & 1 \text{gC} \\ & - \\ & - \\ & - \\ & 0. \\ & 014 \\ & - \\ & 0. \\ & 014 \\ & - \\ & 0. \\ & 014 \\ & - \\ & 0. \\ & 037 \\ & - \\ & 0. \\ & 038 \\ & 0. \\ & 038 \\ & 0. \\ & 038 \\ & 0. \\ & 038 \\ & 0. \\ & 038 \\ & 0. \\ & 038 \\ & 0. \\ & 037 \\ & - \\ & - \\ & 0. \\ & 016 \\ & - \\ & 0. \\ & 016 \\ & - \\ & 0. \\ & 033 \\ & - \end{array}$ |
| 280.100 | 待测 元素 Ag Sn B Mo | 项目 认定值 多线测定值 328.068nm 测定值 328.068nm 测定值 338.289nm 测定值 认定值 多线测定值 317.502nm 测定值 283.999nm 测定值 283.999nm 测定值 249.773nm 测定值 249.678nm 测定值 313.2594nm 测定值 317.0347nm 测定值 认定值 多线测定值 317.0347nm 测定值 317.0347nm 测定值 | GBW0 元素含量 測定值 (μg/g) 0.13 0.12 0.12 0.12 0.11 8.7 8.88 9.24 8.88 64 68.8 68.8 81.5 1.18 1.02 1.02 0.87 61 50.7 | $\begin{array}{c} - \\ & \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \$ | GBW0 元素含量 测定值 (μg/g) 0.04 0.046 0.046 0.046 0.046 2.53 2.66 2.66 3.5 3.77 3.77 4.77 2.6 2.61 3.33 2.61 7.2 7.83 | D7105 △ lgC - 0.064 0.064 0.064 0.042 - 0.102 0.124 0.124 - 0.033 0.033 0.135 - 0.001 0.108 0.001 - 0.036 | GBW0 元素含量 测定值 (μg/g) 0.047 0.043 0.043 0.043 0.025 2 2.16 2.16 2.34 154 152 137 152 0.35 0.35 0.35 0.35 0.57 8.7 7.77 | $\begin{array}{c} - \\ - \\ - \\ 0. \\ 0. \\ 0. \\ 0. \\ 0. \\ 0.$ | GBW0 ⁷ 元素含量 測定值 (μg/g) 1.2 1.2 1.3 1.2 2.5 2.36 2.36 2.36 2.36 2.36 2.18 195 202 204 202 204 202 0.82 0.76 0.76 0.67 555 630 | 7307 a $- 1 gC$ $- 0.003$ 0.023 0.003 $- 0.025$ $- 0.025$ $- 0.025$ $- 0.060$ $- 0.016$ $- 0.016$ $- 0.031$ $- 0.031$ $- 0.088$ $- 0.055$ | GBW0 元素含量 測定值 (μg/g) 0.14 0.135 0.135 0.135 0.129 2.5 2.17 2.17 2.17 2.17 53 57.9 57.9 57.6 0.94 0.91 0.87 210 203 | $\begin{array}{c} & 1 \ \text{gC} \\ & - \\ & - \ 0. \ 014 \\ & - \ 0. \ 014 \\ & - \ 0. \ 014 \\ & - \ 0. \ 014 \\ & - \ 0. \ 014 \\ & - \ 0. \ 014 \\ & - \ 0. \ 061 \\ & - \ 0. \ 061 \\ & - \ 0. \ 061 \\ & - \ 0. \ 061 \\ & - \ 0. \ 038 \\ & 0. \ 038 \\ & 0. \ 037 \\ & - \\ & - \ 0. \ 016 \\ & - \ 0. \ 016 \\ & - \ 0. \ 015 \end{array}$ |
| 280.199100 测定值 50.7 -0.080 8.54 0.004 9.99 0.000 0.055 205 -0.015 | 待测 元素 Ag Sn B Mo Pb | 项目 认定值 多线测定值 328.068nm 测定值 328.068nm 测定值 338.289nm 测定值 认定值 多线测定值 317.502nm 测定值 317.502nm 测定值 40.773nm 测定值 49.773nm 测定值 49.678nm 测定值 313.2594nm 测定值 313.2594nm 测定值 317.0347nm 测定值 认定值 多线测定值 313.2594nm 测定值 317.0347nm 测定值 317.0347nm 测定值 313.2594nm 测定值 313.2594nm 测定值 313.2594nm 测定值 | GBW0 元素含量 測定值 (μg/g) 0.13 0.12 0.12 0.11 8.7 8.88 9.24 8.88 64 68.8 68.8 68.8 68.8 68.8 68.8 | $\begin{array}{c} & \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ $ | GBW0 元素含量 測定值 (μg/g) 0.04 0.046 0.046 0.046 0.046 2.53 2.66 2.66 3.5 3.77 3.77 4.77 2.6 2.61 3.33 2.61 7.2 7.83 7.83 | D7105 △ lgC - 0. 064 0. 064 0. 064 0. 042 - 0. 102 0. 124 0. 124 - 0. 033 0. 033 0. 135 - 0. 001 0. 108 0. 001 - 0. 036 0. 036 | GBW0 元素含量 测定值 (μg/g) 0.047 0.043 0.043 0.043 0.025 2 2.16 2.16 2.16 2.34 154 152 137 152 0.35 0.35 0.35 0.35 0.57 8.7 7.77 7.77 | $\begin{array}{c} & - \\ & - \\ & - \\ & - \\ & - \\ & - \\ & 0. \\ & 038 \\ & - \\ & 0. \\ & 038 \\ & - \\ & 0. \\ & 033 \\ & 0. \\ & 033 \\ & 0. \\ & 033 \\ & 0. \\ & 033 \\ & 0.$ | GBW0 ⁷ 元素含量 测定值 (μg/g) 1.2 1.3 1.2 2.5 2.36 2.36 2.36 2.36 2.36 2.18 195 202 204 202 0.82 0.76 0.76 0.76 0.67 555 630 474 | $\begin{array}{c} - \\ 0.003 \\ 0.023 \\ 0.003 \\ - \\ - 0.025 \\ - 0.025 \\ - 0.025 \\ - 0.060 \\ - \\ 0.016 \\ 0.019 \\ 0.016 \\ - \\ - 0.031 \\ - 0.031 \\ - 0.088 \\ - \\ 0.055 \\ - 0.069 \\ \end{array}$ | GBW0 元素含量 测定值 (μg/g) 0.14 0.135 0.135 0.135 0.135 0.129 2.5 2.17 2.17 2.17 2.17 2.17 53 57.9 57.9 57.9 57.6 0.94 0.91 0.87 210 203 183 | $\begin{array}{c} & & & \\$ |

— 559 —

表 3 方法检出限

Table 3 Detection limits of the method

| 待测 元素 | | | 标准偏差 (μg/g) | 检出限 (µg/g) | | | | |
|----------|--------------|--------------|----------------|---------------|--------------|----------------|-------|--------|
| Ag | 0.017 | 0.016 | 0.019 | 0.02 | 0.021 | 0.016 0.018 | 0.003 | 0.0077 |
| Sn | 0.26 0.19 | 0.27 0.30 | 0.15 0.23 | 0.36 0.33 | 0.25 0.21 | 0.29 0.20 | 0.062 | 0.19 |
| В | 1.74 1.87 | 2.2 2.02 | 1.72 1.68 | 2.09 2.08 | 2.19 2.10 | 1.54 1.68 | 0.230 | 0.68 |
| Мо | 0.16 0.16 | 0.16 0.13 | 0.17 0.14 | 0.13 0.15 | 0.13 0.19 | 0.13 0.14 | 0.019 | 0.058 |
| Pb | 1.17 1.15 | 1.48 1.32 | 0.96 1.17 | 1.23 1.02 | 1.37 0.94 | 1.16 1.29 | 0.160 | 0.49 |

4.56% ~ 8.06%、4.40% ~ 9.17%、3.35% ~ 6.66%。本方法具有更优的精密度并且满足 DZ/T 0130—2006 的要求,RSD 全部都小于 10%,实验结 果超差的可能性将显著降低。

2.4.3 方法准确度

按照本文实验方法,对5个不同含量、不同地区的土壤标准物质 GBW07404、GBW07405、GBW07449、GBW07453、GBW07457,5个不同含量、不同地区的水系沉积物标准物质 GBW07301、GBW07303、GBW07311、GBW07302a、GBW07307a,5个不同含量不同岩性的岩石标准物质GBW07103、GBW07106、GBW07108、GBW07111、GBW07122进行准确度实验,结果列于表5。由表中的数据表明, △logC绝对值几乎都小于0.10,满足 DZ/T 0130—2006 的要求。

表4 方法精密度

Table 4 Precision tests of the method

2.5 实际样品和外控样的检测

2.5.1 实际样品

按照实验方法,在两个不同的时间对 200 个样品(包括水系沉积物和土壤)进行处理,验证方法的重复性。以两次测量结果之差除以两次测量结果之和的绝对值小于 0.25 为合格。实验结果表明银锡 硼钼铅的合格率分别为 92%、96%、100%、94%、98%,满足区域地球化学 1:200000 和 1:50000 的要求,说明本方法的重复性很好。

2.5.2 外控样

按照实验方法,对200个外控样进行处理,将处 理后的样品上机测试,验证方法的可靠性。以合格 率大于等于90%为标准,测试结果表明银锡硼的合 格率为100%,钼铅的合格率为100%(ICP-MS数 据),满足区域地球化学1:200000和1:50000的 要求,说明本方法是可靠的。

3 结论

本文应用全谱发射光谱法,在最佳的缓冲剂成 分配比和适宜的内标元素下,应用13个不同类型的 国家一级标准物质对合成硅酸盐标准曲线进行第二 次拟合以降低基体干扰,对同一元素的不同含量段 使用其不同的分析谱线,延伸了标准曲线的线性范 围,标准物质的测定值相比于使用单谱线的测定结 果更加接近其认定值。银锡硼钼铅的检出限分别为 0.0077µg/g、0.19µg/g、0.68µg/g、0.058µg/g、0.49 µg/g,优于文献值和地球化学普查的规定值;准确度 和精密度满足《地质矿产实验室测试质量管理规范》 的要求,适用于大批量地球化学样品的分析测试。

| 待测元 | 素 项目 | GBW07302 | GBW07309 | GBW07312 | GBW07364 | GBW07403 | GBW07451 | GBW07452 | GBW07454 | GBW07103 |
|-----|------------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| | 含量平均值(µg/g | g) 0.060 | 0.085 | 1.10 | 0.13 | 0.086 | 0.069 | 0.072 | 0.078 | 0.035 |
| Ag | 标准偏差 | 0.0044 | 0.0040 | 0.040 | 0.0070 | 0.0046 | 0.0057 | 0.0047 | 0.0046 | 0.0033 |
| | RSD(%) | 7.33 | 4.74 | 3.69 | 5.37 | 5.29 | 8.32 | 6.56 | 5.90 | 9.39 |
| | 含量平均值(µg/§ | g) 29.0 | 2.43 | 69.6 | 1.79 | 2.61 | 2.15 | 3.32 | 2.91 | 13.5 |
| Sn | 标准偏差 | 2.44 | 0.19 | 6.08 | 0.058 | 0.21 | 0.13 | 0.14 | 0.17 | 1.10 |
| | RSD(%) | 7.76 | 7.93 | 8.66 | 3.23 | 7.62 | 6.18 | 4.10 | 5.91 | 8.17 |
| | 含量平均值(µg/g | g) 10.4 | 55.3 | 24.0 | 37.1 | 22.1 | 52.0 | 76.4 | 50.9 | 20.7 |
| В | 标准偏差 | 0.63 | 2.52 | 1.66 | 2.69 | 1.57 | 3.83 | 4.31 | 3.58 | 1.66 |
| | RSD(%) | 6.43 | 4.56 | 6.93 | 7.25 | 8.06 | 7.36 | 5.64 | 7.04 | 8.05 |
| | 含量平均值(µg/g | g) 2.16 | 0.58 | 7.68 | 1.53 | 0.31 | 0.57 | 0.59 | 0.68 | 3.67 |
| Mo | 标准偏差 | 0.095 | 0.043 | 0.37 | 0.11 | 0.028 | 0.044 | 0.034 | 0.046 | 0.25 |
| | RSD(%) | 4.40 | 7.41 | 4.79 | 7.41 | 9.17 | 7.77 | 5.85 | 6.82 | 6.94 |
| | 含量平均值(µg/g | g) 40.6 | 23.4 | 295 | 26.1 | 27.1 | 25.6 | 25.8 | 22.5 | 33.1 |
| Pb | 标准偏差 | 1.82 | 1.30 | 19.68 | 1.50 | 1.51 | 1.13 | 0.86 | 0.84 | 1.68 |
| | RSD(%) | 4.49 | 5.54 | 6.66 | 5.74 | 5.59 | 4.42 | 3.35 | 3.74 | 5.09 |

表5 方法准确度

| ethod |
|-------|
| 1 |

| 标准物质 编号 | 项目 | Ag | Sn | В | Мо | Pb |
|---------------|---------------------------|--------|--------------|--------|--------|--------|
| | 测定值(μg/g) | 0.067 | 4.88 | 105 | 2.46 | 54.4 |
| GBW07404 | 认定值(μg/g) | 0.070 | 5.70 | 97.0 | 2.60 | 58.5 |
| | $\triangle \log C$ | -0.020 | -0.067 | 0.033 | -0.025 | -0.032 |
| | 测定值(μg/g) | 3.6 | 15.5 | 65.5 | 4.28 | 498 |
| GBW07405 | 认定值(μg/g) | 4.4 | 17.7 | 53.0 | 4.60 | 552 |
| | $\triangle \log C$ | -0.085 | -0.056 | 0.092 | -0.032 | -0.045 |
| | 测定值(μg/g) | 0.076 | 1.52 | 148 | 3.04 | 11.5 |
| GBW07449 | 认定值(μg/g) | 0.068 | 1.80 | 143 | 3.20 | 13.4 |
| | ∆logC | 0.047 | -0.073 | 0.015 | -0.022 | -0.066 |
| | 测定值(μg/g) | 0.090 | 6.08 | 81.9 | 1.12 | 45.1 |
| GBW07453 | 认定值(μg/g) | 0.092 | 6.20 | 83.0 | 1.10 | 40.0 |
| | △logC | -0.008 | -0.009 | -0.006 | 0.009 | 0.052 |
| CDW07457 | 测定值(μg/g) | 0.12 | 8.63 | 77.1 | 1.14 | 54.0 |
| GBW0/45/ | 认定值(μg/g) | 0.13 | 8.70 | 80.0 | 1.18 | 61.0 |
| | △logC 測合店(() | -0.038 | -0.004 | -0.016 | -0.014 | -0.053 |
| CDW07201 | 测定值(μg/g) | 0.040 | 5.28 2.10 | 4.92 | 0.08 | 20.6 |
| GDW0/301 | K走徂(μg∕g) | 0.048 | 5.10 | 4.00 | 0.74 | 24.4 |
| | △10gC 测空店(a/a) | -0.025 | 2 02 | 28.6 | -0.039 | -0.075 |
| CRW07303 | 例定值(µg/g) | 0.00 | 2.95 | 33.0 | 02.0 | 40.0 |
| GBW0/303 | ∧La(μg/g) ∧log | 0.39 | -0.064 | 0.068 | 0.015 | -0.049 |
| | | 2.8 | 343.2 | 66 5 | 6 05 | 644 |
| GBW07311 | いた 由(mg/g) 认定 f(ug/g) | 3.2 | 370.0 | 68 0 | 5.90 | 636 |
| 0.5 11 07 011 | ∧ logC | -0.051 | -0.033 | -0.010 | 0.011 | 0.006 |
| | | 0.041 | 9.42 | 7.84 | 0.97 | 36.3 |
| GBW07302a | い」 (认定值(μg/g) | 0.040 | 8.60 | 9.70 | 1.10 | 35.0 |
| | ∆logC | 0.015 | 0.040 | -0.092 | -0.053 | 0.016 |
| | 测定值(μg/g) | 1.2 | 2.11 | 176 | 0.69 | 511 |
| GBW07307a | ι认定值(μg/g) | 1.2 | 2.50 | 195 | 0.82 | 555 |
| | $\triangle \log C$ | 0.008 | -0.073 | -0.045 | -0.078 | -0.036 |
| | 测定值(μg/g) | 0.032 | 15.3 | 23.8 | 3.40 | 35.1 |
| GBW07103 | 认定值(μg/g) | 0.033 | 12.5 | 24.0 | 3.50 | 31.0 |
| | $\triangle \log C$ | -0.009 | 0.087 | -0.004 | -0.013 | 0.054 |
| | 测定值(µg/g) | 0.068 | 1.40 | 37.4 | 0.85 | 10.4 |
| GBW07106 | 认定值(μg/g) | 0.062 | 1.10 | 34.0 | 0.76 | 7.60 |
| | $\triangle \log C$ | 0.037 | 0.104 | 0.042 | 0.050 | 0.137 |
| | 测定值(μg/g) | 0.041 | 1.11 | 17.9 | 0.37 | 18.0 |
| GBW07108 | 认定值(μg/g) | 0.043 | 0.98 | 16.0 | 0.38 | 18.3 |
| | $\triangle \log C$ | -0.021 | 0.054 | 0.050 | -0.016 | -0.008 |
| | 测定值(μg/g) | 0.054 | 1.55 | 3.31 | 0.60 | 19.1 |
| GBW07111 | 认定值(μg/g) | 0.066 | 1.44 | 3.92 | 0.47 | 19.8 |
| | ∆logC | -0.086 | 0.033 | -0.073 | 0.105 | -0.015 |
| | 测定值(μg/g) | 0.060 | 0.88 | 10.1 | 0.18 | 8.82 |
| GBW07122 | 认定值(μg/g) | 0.050 | 0.80 | 12.0 | 0.16 | 9.00 |
| | $\triangle \log C$ | 0.079 | 0.042 | -0.074 | 0.060 | -0.009 |

本方法能够一次性快速、准确地测定银锡硼钼 铅,降低了人力物力成本,在整个实验过程中采用固 体粉末进样,避免了使用大量的对人体和环境有害 的无机酸碱,是一种绿色分析方法。今后通过进一 步实验,研制出一种合适检测元素周期表大部分元 素的缓冲剂,是拓展发射光谱法应用范围的发展 方向。

4 参考文献

[1] 张文华,王彦东,吴冬梅,等.交流电弧直读光谱法快速测定地球化学样品中的银、锡、硼、钼、铅[J].中国无机分析化学,2013,3(4):16-19.
Zhang W H, Wang Y D, Wu D M, et al. Rapid determination of silver, tin, boron, molybdenum and lead in geochemical samples by AC arc direct - reading spectrometry[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry,2013,3(4):16-19.
[2] 肖细炼,王亚夫,陈燕波,等.交流电弧光电直读发射光谱法测定地球化学样品中银硼锡[J]. 冶金分析, 2018,38(7):27-32.
Xiao X L, Wang Y F, Chen Y B, et al. Determination of silver, boron and tin in geochemical samples by

silver, boron and tin in geochemical samples by alternating current arc optoelectronic direct reading emission spectrometry [J]. Metallurgical Analysis, 2018, 38(7):27-32.

 [3] 聂高升. CCD - I 型平面光栅电弧直读发射光谱仪测 Ag、B、Sn、Pb、Mo[J].四川地质学报,2018,38(2): 342-344.

> Nie G S. Detection of Ag, B, Sn, Pb and Mo by plane grating arc direct – reading emission spectrometry CCD – I[J]. Acta Geologica Sichuan, 2018, 38(2):342 – 344.

 [4] 朱小龙.电感耦合等离子体发射光谱(ICP - OES)法 测定钕铁硼磁体中铅含量[J].中国无机分析化学, 2019,9(2):9-11.

Zhu X L. Determination of lead in neodymium – iron – boron with ICP – OES[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry,2019,9(2):9 – 11.

[5] 肖立青,谭丽娟,苏卫汉,等.电感耦合等离子体发射 光谱法测定地质样品中的钨、钼、锡[J].中国无机分 析化学,2013,3(2):35-38.

Xiao L Q, Tan L J, Su W H, et al. Determination of W, Mo, Sn in geological samples by inductively coupled plasma – atomic emission spectrometry [J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2013, 3(2): 35 – 38.

2020年

 [6] 杨柳,高慧莉,汪寅夫,等. 电感耦合等离子体发射光 谱法测高纯银中 19 种微量元素[J]. 地质与资源, 2019,28(1):95-97.

Yang L, Gao H L, Wang Y F, et al. Determination of nineteen trace elements in high purity silver by ICP – AES[J]. Geology and Resources, 2019, 28(1):95–97.

[7] 惠泊宁,李维敏,任洁,等. 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定 N36 锆合金中微量钼和铅[J].分析测试技术与仪器,2019,25(1):15-21.

Hui B N, Li W M, Ren J, et al. Determination of trace molybdenum and lead in N36 zirconium alloy by inductively coupled plasma optical emission spectrometry [J]. Analysis and Testing Technology and Instruments, 2019,25(1):15-21.

[8] 杨新能,陈德,李小青.碱熔-电感耦合等离子体原子 发射光谱法测定铁矿石中铬铌钼钨锡[J].冶金分析, 2019,39(12):55-60.

> Yang X N, Chen D, Li X Q. Determination of chromium, niobium, molybdenum, tungsten, tininiron ore by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry with alkali fusion [J]. Metallurgical Analysis, 2019, 39 (12):55-60.

[9] 乐淑葵,段永梅.电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)测定土壤中的重金属元素[J].中国无机分析化 学,2015,5(3):16-19.

Yue S K, Duan Y M. Determination of heavy metal elements in soil by ICP – MS [J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2015, 5(3):16–19.

[10] 于亚辉,闫红岭,陈浩风,等.电感耦合等离子体质谱 法测定地球化学样品中的银[J].理化检验(化学分 册),2016,52(7):834-836.

> Yu Y H, Yan H L, Chen H F, et al. Determination of silver in geological sample by inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. Physical Testing and Chemical Analysis (Part B: Chemical Analysis), 2016, 52 (7): 834-836.

[11] 凤海元,马海萍. 溶样方法对电感耦合等离子体质谱 法测定区域地球化学调查样品中6种元素的影响 [J]. 冶金分析,2016,36(8):18-24.

> Feng H Y, Ma H P. Influence of sample dissolution method on the determination of six elements in regional geochemical survey sample by inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. Metallurgical Analysis, 2016,36(8):18-24.

[12] 杭乐,徐周毅,杭纬,等.中国原子光谱技术及应用发展近况[J].光谱学与光谱分析,2019,39(5):
 1329-1339.

-562 -

Hang L, Xu Z Y, Hang W, et al. Recent technical and

application development of atomic spectrometry in China [J]. Spectroscopy and Spectral Analysis, 2019, 39(5): 1329 – 1339.

- [13] 阳国运,唐裴颖,张洁,等. 电感耦合等离子体质谱法 测定地球化学样品中的硼碘锡锗[J]. 岩矿测试, 2019,38(2):154-159.
 Yang G Y, Tang P Y, Zhang J, et al. Determination of boron, iodine, tin and germanium in geochemical samples by inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. Rock and Mineral Analysis,2019,38(2):154-159.
- [14] 杨贤,张洁,蔡金芳,等. 电感耦合等离子体质谱法测定地质样品中硼[J]. 冶金分析,2014,34(6):7-10.
 Yang X,Zhang J,Cai J F, et al. Determination of boron in geological samples by inductively coupled plasma mass spectrometry[J]. Metallurgical Analysis, 2014, 34(6):7-10.
- [15] Satyanarayanan M, Balaram V, Sawant S S, et al. Rapid determination of REEs, PGEs, and other trace elements in geological and environmental materials by high resolution inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. Atomic Spectroscopy, 2018, 39(1):1-15.
- [16] 杨凤云,高会艳,徐霞,等. 火焰原子吸收分光光度法 测定铅精矿中高含量银[J]. 化学分析计量,2019,28
 (6):85-88.
 Yang F Y, Gao H Y, Xu X, et al. Determination of high silver content in lead concentrate by flame atomic absorption spectrophotometry[J]. Chemical Analysis and Meterage,2019,28(6):85-88.
- [17] 任俊涛,班俊生.容量瓶消解称量 火焰原子吸收分 光光度法测定地质样品中的银[J].黄金,2018,39
 (5):78-80.

Ren J T, Ban J S. Determination of silver in geological samples by FAAS with volumetric flask digestion and solution weighting method[J]. Gold, 2018, 39(5):78-80.

- [18] 牛明,裴彦. 浅析分光光度法测定地质样品中微量锡
 [J]. 世界有色金属,2017(5):240-241.
 Niu M, Pei Y. Spectrophotometric determination of trace tin in geological samples[J]. World Nonferrous Metals, 2017(5):240-241.
- [19] Rahman M U, Kazi T G, Shaikh H, et al. Fractionation of manganese in soil samples collected from the Lakhra coal field in Pakistan using two modes of atomic absorption spectrometry [J]. Atomic Spectroscopy, 2018, 39 (6): 258 - 263.
- [20] 王娜,徐铁民,魏双,等. 微波消解 电感耦合等离子体质谱法测定超细粒度岩石和土壤样品中的稀土元素[J]. 岩矿测试,2020,39(1):68 76.
 Wang N, Xu, T, M, Wai, S, et al. Determination of some formation of some formation of some formation of some formation.

Wang N, Xu T M, Wei S, et al. Determination of rare

earth elements in ultra – fine rock and soil samples by ICP – MS using microwave digestion [J]. Rock and Mineral Analysis,2020,39(1):68 – 76.

[21] 雷占昌,韩斯琴图,蒋常菊,等. 过氧化钠碱熔-电感 耦合等离子体质谱法测定原生矿石中的锡[J]. 岩矿 测试,2019,38(3):326-332.

> Lei Z C, Han S Q T, Jiang C J, et al. Determination of tin in primary ores by inductively coupled plasma mass spectrometry with sodium peroxide alkali fusion [J]. Rock and Mineral Analysis,2019,38(3):326-332.

[22] 陈伟锐,董薇.电弧原子发射光谱法测定地球化学勘 查样品中镍元素[J].广东化工,2013,40(18): 125-126.

Chen W R, Dong W. Determination of Ni in geochemical exploration samples by emission spectrometry [J]. Guangdong Chemical Industry, 2013, 40(18):125 – 126.

 [23] 张文华,王彦东,吴冬梅,等.交、直流电弧直读光谱 仪的研制及其应用[J].光谱仪器与分析,2011(增刊 1):96-104.

> Zhang W H, Wang Y D, Wu D M, et al. Development and application of DC and AC direct reading arc emission spectrometer [J]. Spectral Instruments and Analysis, 2011(Supplement 1):96 – 104.

[24] 俞晓峰,李锐,寿森钧,等. E5000 型全谱直读型电弧
 发射光谱仪研制及其在地球化学样品分析中应用
 [J].岩矿测试,2015,34(1):40-47.

Yu X F, Li R, Shou M J, et al. Development and application of full spectrum direct reading arc emission spectrometer E5000 and its application in geochemical sample analysis [J]. Rock and Mineral Analysis, 2015, 34(1):40-47.

[25] 李小辉,孙慧莹,于亚辉等.交流电弧发射光谱法测定地球化学样品中银锡硼[J].冶金分析,2017,37
 (4):16-21.

Li X H, Sun H Y, Yu Y H. Determination of sliver, tin and boron in geochemical sample by alternating current (AC) arc emission spectrometry [J]. Metallurgical Analysis,2017,37(4):16-21.

[26] 马彤宇. CCD - I 型平面光栅电弧直读发射光谱仪测 定地球化学样品中银锡硼[J].资源信息与工程, 2017,32(4):99-102.

Ma T Y. Determination of Ag, Sn and B in geochemical samples by CCD – I plane grating electric arc direct reading emission spectrometer [J]. Resource Information and Engineering, 2017, 32(4):99 – 102.

[27] 胡跃波,石亚萍,李蓓,等.交流电弧原子发射光谱法 测定地质样品中的微量银[J].理化检验(化学分 册),2015,51(10):1414-1417. Hu Y B, Shi Y P, Li B, et al. Determination of trace silver in geological samples by AC – AES[J]. Physical Testing and Chemical Analysis (Part B: Chemical Analysis), 2015,51(10):1414 – 1417.

- [28] 高晶.发射光谱法测定铅锡银[J].西部探矿工程, 2013(1):115-117.
 Gao J. Determination of lead tin and silver by atomic emission spectroscopy [J]. West - China Exploration Engineering,2013(1):115-117.
- [29] 郭颖超,张晓敏,姚福存,等. CCD I型平面光栅电弧直读发射光谱仪测定地球化学样品中银锡硼[J]. 黄金,2016,37(10):85-88.
 Guo Y C, Zhang X M, Yao F C, et al. Determination of Ag, B and Sn in geochemical samples by CCD - I plane grating electric arc direct reading emission spectrometer [J]. Gold, 2016, 37(10):85-88.
- [30] 王承娟,乐兵.直流电弧原子发射光谱法测定地球化 学样品中银、硼、锡和钼[J].理化检验(化学分册), 2017,53(11):1470-1473.
 Wang C J, Yue B. Determination of Ag, B, Sn and Mo in geochemical samples by DC arc direct reading emission

spectrometer [J]. Physical Testing and Chemical Analysis (Part B: Chemical Analysis), 2017, 53 (11): 1470 – 1473.

- [31] 郝志红,姚建贞,唐瑞玲,等. 交流电弧直读原子发射 光谱法测定地球化学样品中银、硼、锡、钼、铅的方法 研究[J]. 地质学报,2016,90(8):2070-2082.
 Hao Z H, Yao J Z, Tang R L, et al. Study on the method for the determination of silver, boron, tin, molybdenum, lead in geochemical samples by AC - arc direct reading atomic emission spectroscopy[J]. Acta Geologica Sinica, 2016,90(8):2070-2082.
- [32] 吴建华. 应用熔融技术电弧发射光谱法测定区域化 探样品中 20 多个元素[J]. 甘肃科技,2010,26(1): 61-63.

Wu J H. Determination of more than 20 elements in regional geochemical samples by arc emission spectrometry [J]. Gansu Science and Technology, 2010, 26(1); 61-63.

- [33] 贡勇喜. 发射光谱法测定化探样品中银钨等 19 个微量元素[J]. 江西建材,2016(16):229-232.
 Gong Y X. Determination of more than 19 trace elements in geochemical samples by emission spectrometry [J]. Jiangxi Building Materials,2016(16):229-232.
- [34] 吴冬梅,赵燕秋,付国余.全谱电弧发射光谱法测定 五氧化二铌中 18 种杂质元素[J].冶金分析,2020,40 (1):40-45.

Wu D M, Zhao Y Q, Fu G Y. Determination of eighteen

— 563 —

impurity elements in niobium pentoxide by full spectrum arc emission spectrometry [J]. Metallurgical Analysis, 2020, 40(1): 40-45.

[35] 杨俊,代阿芳,林庆文,等. 直读发射光谱仪测定地质 样品中银、硼和锡的含量[J]. 理化检验(化学分册), 2017,50(11):1296-1299.

> Yang J, Dai A F, Lin Q W, et al. Determination of Ag, B and Sn in geochemical samples with direct reading atomic emission spectrometer [J]. Physical Testing and Chemical Analysis (Part B: Chemical Analysis), 2017, 50(11):1296-1299.

[36] 赵丽.粉末固体进样-电弧直读发射光谱法测试地 球化学样品多元素方法研究[J].化学工程与装备, 2017(6):240-242.

Zhao L. Determination of elements in geochemical samples for powder solid sampling by arc direct reading emission spectrometry [J]. Chemical Engineering and Equipment,2017(6):240 – 242.

[37] 龙志武,李志雄,赵刚,等.直读发射光谱法测定银硼 钼锡铅的载体缓冲剂研究[J].黄金,2017,38(1): 76-79.

> Long Z W, Li Z X, Zhao G, et al. Study on carrier buffer in the determination of Ag, B, Mo, Sn and Pb by direct reading emission spectrometry [J]. Gold, 2017, 38(1): 76-79.

[38] 余宇,和振云,毛振才,等.交流电弧发射光谱的不同 灵敏度谱线测定锡[J]. 岩矿测试,2013,32(1): 44 - 47.

Yu Y, He Z Y, Mao Z C, et al. Determination of tin by spectral lines with different sensitivity of alternating current arc emission spectroscopy[J]. Rock and Mineral Analysis, 2013, 32(1):44 - 47.

- [39] 吴冬梅,赵燕秋,付国余,等. 多工作曲线 全谱交直 流电弧发射光谱法测定地质样品中的铅含量[J].中 国无机分析化学,2018,8(3):16-18.
 Wu D M,Zhao Y Q,Fu G Y,et al. Determination of lead in geological samples by full spectrum AC/DC arc emission spectrometry with a multi - calibration curve [J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry,
- 2018,8(3):16-18.
 [40] 李亚静,李士杰,唐秀婷,等. CCD I 型平面光栅电 弧直读发射光谱法测定化探样品中铅、锡、钼、铜、银、 锌[J].中国无机分析化学,2018,8(6):29-35.
 Li Y J,Li S J,Tang X T, et al. Determination of Pb,Sn, Mo,Cu, Ag and Zn in geochemical exploration samples by CCD - I plane grating electric arc direct reading emission spectrometer[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry,2018,8(6):29-35.
- [41] 王彩玉,刘玖芬,李君强,等. AES 7200 型专用发射 光谱仪在地质样品分析中的应用[J]. 黄金,2016,37
 (4):77-80.
 Wang C Y, Liu J F, Li J Q, et al. Application of AES - 7200 emission spectrometer in geologic samples analysis
 [J]. Gold,2016,37(4):77-80.

Simultaneous Determination of Silver, Boron, Tin, Molybdenum and Lead in Geological Samples by Atomic Emission Spectrometer with Full Spectrum

HUANG Hai – bo, SHEN Jia – lin^{*}, CHEN Yu, LIU Jian – kun (Nanjing Center of Geological Survey, China Geological Survey, Nanjing 210016, China)

HIGHLIGHTS

- (1) A method was established to detect the contents of silver, boron, tin, molybdenum and lead in geological sample with a full spectrum atomic emission spectrometer.
- (2) Analytical line conversion values were established to extend the linear range of the standard curve and ensure that samples with different content were analyzed using a different analytical line.
- (3) Many first class standard materials to linear fitting of the synthetic silicate standard materials curve were used to eliminate matrix interference.
- (4) The process of the experiment was simple and had no contamination of solid powder, the analytical speed of the method was high, and the detection limit was lower than former research results.
 - 564 —

ABSTRACT

BACKGROUND: The contents of silver, tin, boron, molybdenum, and lead in geological samples are extremely important for studying the metallogenic regularity and for geochemical prospecting. Current analytical methods rarely determine silver, tin, boron, molybdenum, and lead simultaneously.

OBJECTIVES: To establish a method to simultaneously determine silver, tin, boron, molybdenum and lead in geological samples.

METHODS: To eliminate the matrix interference, first – class standard materials (rock, soil and water sediments) were used for linear fitting of the synthetic silicate standard materials curve. By setting analytical line conversion values, different analytical line can be used for samples with different contents.

RESULTS: The detection limits of silver, tin, boron, molybdenum, and lead were $0.0077 \mu g/g$, $0.19 \mu g/g$, $0.68 \mu g/g$, $0.058 \mu g/g$, $0.49 \mu g/g$, respectively. The precisions of the method were 3.23% - 9.39%. The measured value of national first class standard materials including soil, water sediments and rock by this method was in accordance with standard values, with an absolute value of $\Delta \log C < 0.10$. The qualified rates of actual sample were 92% - 98%, and the qualified rate of the inspection sample was 100%.

CONCLUSIONS: This method is easy to apply and can be used to analyze samples rapidly. It can also be used to avoid contamination during sample dilution. Compared with traditional atomic emission spectrometry that uses a single analytical spectrum line, this method can be used to obtain a value which is closer to the standard value of national standard materials. The detection limit of this method is much lower than the standard value of the specification of testing quality management for geological laboratories.

KEY WORDS: geological sample; metal and non – metal elements; full spectrum; atomic emission spectrometry; second fitting; analytical line conversion values