

# DB36

## 江西省地方标准

DB36/T 1842—2023

### 土壤和沉积物 镧、铈等 16 种稀土元素的测定 微波消解-电感耦合等离子体质谱法

Soil and sediment-Determination of 16 rare earth elements including Lanthanum, Cerium etc.by microwave assisted acid digestion-inductively coupled plasma mass spectrometry

地方标准信息服务平台

2023-09-18 发布

2024-03-01 实施



## 目 次

前言 .....	II
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 术语和定义 .....	1
4 方法原理 .....	1
5 干扰 .....	1
6 试剂和材料 .....	2
7 仪器和设备 .....	2
8 样品 .....	2
9 分析步骤 .....	3
10 结果计算与表示 .....	4
11 准确度 .....	5
12 质量保证和质量控制 .....	5
13 废物处理 .....	6
14 注意事项 .....	6
附录 A（规范性）方法的检出限和测定下限 .....	7
附录 B（资料性）目标元素的推荐质量数和内标物 .....	8
附录 C（资料性）六家实验室的精密度汇总 .....	9
附录 D（资料性）六家实验室的正确度汇总 .....	11
参考文献 .....	14

## 前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由江西省生态环境厅提出并归口。

本文件主要起草单位：江西省生态环境监测中心、江西省赣州生态环境监测中心、国家钨与稀土产品质量检中心（江西省钨与稀土研究院）。

本文件主要起草人：高明、张振欣、郭金梅、邹小健、徐娜、刘燕红、蓝荣华、杨佳伟、黄绍祥、刘华东、陈美芬、赵佳文、彭惠琛、杨攀。

地方标准信息服务平台

# 土壤和沉积物 镧、铈等 16 种稀土元素的测定 微波消解-电感耦合等离子体质谱法

## 1 范围

本文件规定了用微波消解-电感耦合等离子体质谱法测定土壤和沉积物中镧、铈等16种稀土元素的方法原理、试剂材料、仪器设备、样品采集和制备、分析测试和质量控制等技术内容。

本文件适用于土壤和沉积物中镧、铈等16种稀土元素含量的测定。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB 17378.5 海洋监测规范 第 5 部分：沉积物分析
- HJ 25.2 建设用地土壤污染风险管控和修复监测技术导则
- HJ/T 166 土壤环境监测技术规范
- 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

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 方法原理

土壤和沉积物样品经加酸微波消解后，采用电感耦合等离子体质谱仪进行检测。根据元素的质谱图或特征离子进行定性，内标法定量。

## 5 干扰

### 5.1 质谱干扰

质谱干扰主要包括多原子离子干扰、同量异位素干扰、氧化物和双电荷干扰等。多原子离子干扰是电感耦合等离子体质谱仪最主要的干扰来源，可以利用干扰校对方程、仪器优化及碰撞反应池技术加以解决。同量异位素干扰可使用干扰校对方程进行校正，或在分析前对样品进行化学分离等方法进行消除。氧化物干扰和双电荷干扰可通过调节仪器参数降低影响。

### 5.2 非质谱干扰

非质谱干扰主要包括基体抑制干扰、空间电荷效应干扰、物理效应干扰等。其干扰程度与样品基体性质有关，可采用稀释样品、内标法、优化仪器条件等措施消除和降低干扰。

## 6 试剂和材料

- 6.1 实验用水：电阻率 $\geq 18\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ ，其余指标应符合 GB/T 6682 中表 1 的一级标准。
- 6.2 硝酸： $\rho(\text{HNO}_3) = 1.42 \text{ g/mL}$ ，优级纯。
- 6.3 氢氟酸： $\rho(\text{HF}) = 1.16 \text{ g/mL}$ ，优级纯。
- 6.4 高氯酸： $\rho(\text{HClO}_4) = 1.67 \text{ g/mL}$ ，优级纯。
- 6.5 硝酸溶液（2+98）：取 20 mL 硝酸（6.2）缓慢加入 980 mL 水中。
- 6.6 硝酸溶液（1+1）：取 100 mL 硝酸（6.2）缓慢加入 100 mL 水中。
- 6.7 元素标准储备溶液： $\rho = 1000 \text{ mg/L}$  或  $\rho = 100 \text{ mg/L}$ 。单元素或多元素储备液，采用有证标准溶液。
- 6.8 标准使用溶液： $\rho = 1.00 \text{ mg/L}$ 。用硝酸溶液（6.5）稀释元素标准储备液（6.7）配制而成。
- 6.9 内标标准储备溶液： $\rho = 10.0 \text{ mg/L}$ 。选用 103Rh、185Re 为内标元素。可直接使用有证标准溶液进行配制，介质为硝酸溶液（6.5）。
- 6.10 内标标准使用液：用硝酸溶液（6.5）稀释内标储备液（6.9），配制内标标准使用液。所选内标常用的浓度为  $\rho = 100 \mu\text{g/L} \sim 1000 \mu\text{g/L}$ 。
- 6.11 质谱仪调谐液： $\rho = 10.0 \mu\text{g/L}$ 。宜选用含有 Li、Co、In、Tl、Bi 元素的溶液为质谱仪的调谐溶液。可使用有证标准溶液配制，介质为硝酸溶液（6.5）。
- 6.12 氩气：纯度 $\geq 99.999\%$ 。
- 6.13 氦气：纯度 $\geq 99.999\%$ 。

## 7 仪器和设备

- 7.1 电感耦合等离子体质谱仪及其相应的设备：仪器工作环境和对电源的要求需根据仪器说明书规定执行。仪器扫描范围：5 amu $\sim$ 250 amu，分辨率：10%峰高处所对应的峰宽应介于 0.6 amu $\sim$ 0.8 amu。
- 7.2 微波消解装置：具有可编程控制功能，微波消解仪功率在 1200 W 以上，配有聚四氟乙烯或同等材质的微波消解罐。
- 7.3 赶酸仪或相似功能的设备：温度控制精度为 $\pm 5\text{ }^\circ\text{C}$ 。
- 7.4 分析天平：精度为 0.0001 g。
- 7.5 尼龙筛：孔径不大于 0.15 mm（100 目）。
- 7.6 容量瓶：50mL、100mL。

## 8 样品

### 8.1 样品的采集和保存

参照 HJ/T 166 和 HJ 25.2 的相关规定采集和保存土壤样品，参照 HJ 494 的相关规定采集和保存沉积物样品。样品采集、运输和保存过程应避免沾污和待测元素损失。

### 8.2 样品的制备

样品制备应按 HJ/T 166 和 GB 17378.5 执行，最终细磨至粒径不大于 0.15 mm（100 目）。

### 8.3 干物质和水分的测定

土壤样品干物质测定应照 HJ 613 执行，沉积物样品含水率参照 GB 17378.5 执行。

#### 8.4 试样的制备

8.4.1 称量。准确称取 0.05g~0.1 g (精确到 0.0001g) 待测样品于消解罐内 (聚四氟乙烯材质)，用少量实验用水润湿。

8.4.2 消解。在通风橱中，依次加入 5.0 mL 硝酸 (6.2)、1.0 mL 氢氟酸 (6.3)，密封后于微波消解仪 (7.2) 上进行消解，按照表 1 提供的微波消解参考程序进行消解。

8.4.3 赶酸。消解完成后，待消解罐温度降至室温后，打开消解罐，将消解罐放入赶酸仪 (7.3)，加入 1.0 mL 高氯酸 (6.4)，在 180℃ 条件下加热至近干。冷却至室温，加入 2.0 mL 硝酸 (6.2)，继续加热 5min~10min 溶解可溶性残渣，切不可蒸干。

8.4.4 定容。放置至室温，然后将消解罐内溶液转移至 50mL 容量瓶中，用少量硝酸溶液 (6.6) 清洗罐子内壁，洗液一并收集于容量瓶中，用实验用水 (6.1) 定容至刻度，摇匀待测。

表 1 微波消解参考程序

步骤	升温时间 (min)	目标温度 (°C)	保持时间 (min)
1	5	100	5
2	5	130	5
3	5	160	5
4	10	190	25

注：也可参照微波消解仪说明书，优化其功率、升温时间、温度、保持时间等参数。

#### 8.5 实验室空白试样的制备

不加样品，按照与试样的制备 (8.4) 相同步骤制备实验室空白试样。

### 9 分析步骤

#### 9.1 仪器调谐

点燃等离子体后，仪器预热稳定 30min。根据 ICP-MS 的操作规程，用质谱仪调谐液 (6.11) 对仪器的氧化物、双电荷、灵敏度、分辨率等各项指标进行调谐，达到测定要求。

#### 9.2 仪器条件

不同型号的仪器其最佳工作条件不同，标准模式、碰撞/反应池模式等应按照仪器使用说明书进行操作。分析推荐使用的质量数和内标物见附录 B。

#### 9.3 标准曲线的绘制

8.3.1 依次配制一系列待测元素标准溶液，可根据测量需要调整校准曲线的浓度范围。在容量瓶中取一定体积的标准使用液 (6.8)，用硝酸溶液 (6.5) 依次配制标准曲线系列，标准曲线的参考浓度见表 2。

表2 标准曲线的参考浓度

元素名称	校准曲线浓度点 (μg/L)
镧、铈、钕、钇、铽	0、1.0、5.0、10.0、20.0、50.0、100、200
镨、钐、铈、钐、铽、镱、铟、铪、铌、钨	0、0.1、0.5、1.0、5.0、10.0、20.0

8.3.2 内标元素使用溶液(6.10)可直接加入工作溶液中,也可在样品雾化之前通过蠕动泵自动加入。内标浓度应远大于试样本身所含内标元素的含量。

8.3.3 用电感耦合等离子体质谱仪测定标准溶液,以标准溶液浓度为横坐标,以样品信号与内标信号的比值为纵坐标建立校准曲线。用线性回归分析方法求得其斜率用于样品含量计算。

## 9.4 样品测定

### 9.4.1 试样的测定

每个试样测定前,先用硝酸溶液(6.5)冲洗系统,待分析信号稳定后才可开始测定。试样测定时应加入绘制校准曲线时相同量的内标元素标准使用溶液(6.10)。若样品中稀土元素浓度超出校准曲线范围,需用硝酸溶液(6.5)稀释后重新测定,稀释倍数为f。

### 9.4.2 实验室空白试样的测定

按照与试样的测定(9.4.1)相同的条件测定实验室空白试样。

## 10 结果计算与表示

### 10.1 结果计算

10.1.1 土壤样品中稀土元素含量 $\omega_1$  (mg/kg),按照公式(1)进行计算。

$$\omega_1 = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times f}{m \times W_{dm}} \times 10^{-3} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $\omega_1$ ----土壤样品中稀土元素的含量, mg/kg;
- $\rho$  ----由标准曲线计算所得试样中稀土元素的质量浓度, μg/L;
- $\rho_0$ ----实验室空白试样中对应稀土元素的质量浓度, μg/L;
- $V$  ----消解后试样的定容体积, mL;
- $f$ ----试样的稀释倍数;
- $m$  ----称取过筛后样品的质量, g;
- $W_{dm}$ ----土壤样品干物质的含量, %。

10.1.2 沉积物样品中稀土元素的含量 $\omega_2$  (mg/kg),按照公式(2)进行计算。

$$\omega_2 = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times f}{m \times (1 - W_{H_2O})} \times 10^{-3} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- $\omega_2$ ----沉积物样品中稀土元素的含量, mg/kg;
- $\rho$  ----由标准曲线计算所得试样中稀土元素的质量浓度, μg/L;
- $\rho_0$ ----实验室空白试样中对应稀土元素的质量浓度, μg/L;



$V$  ---消解后试样的定容体积, mL;  
 $f$  ----试样的稀释倍数;  
 $m$  ---称取过筛后样品的质量, g;  
 $W_{H_2O}$ ----沉积物样品含水率, %。

## 10.2 结果表示

测定结果小数位数的保留与方法检出限保持一致, 最多保留三位有效数字。

## 11 准确度

### 11.1 精密度

对 6 种不同含量水平的土壤和沉积物样品进行 6 次重复测定, 精密度汇总数据见附录 C。

### 11.2 正确度

对 4 种不同含量水平的土壤和沉积物有证标准样品, 2 个实际样品加标, 进行 6 次重复测定, 正确度汇总数据见附录 D。

## 12 质量保证和质量控制

### 12.1 标准曲线

每次分析样品均应绘制标准曲线。通常情况下, 标准曲线的相关系数应大于 0.999。

### 12.2 内标

在每次分析中必须监测内标的强度, 试样中内标的响应值应介于标准曲线响应的 70%~130%, 否则说明仪器发生漂移或有干扰产生, 应查找原因后重新分析。如果发现基体干扰, 需要进行稀释后测定; 如果发现样品中含有内标元素, 需要更换内标或提高内标元素浓度。

### 12.3 空白

每批样品应至少做 2 个实验室空白试样, 其测定结果均应低于测定下限。

### 12.4 实验室控制样品

每批样品至少分析 10%的加标回收样, 样品数量小于 10 个时, 应至少做一个加标回收样, 其加标回收率应在 70%~130%之间; 也可以使用有证标准样品代替加标, 其测定值应在标准要求的范围内。

### 12.5 平行样

每批样品应至少测定 10%的平行双样, 样品数量少于 10 个时, 应测定一个平行双样; 做平行样时, 两个平行样品测定结果的相对偏差应小于等于 30%。

### 12.6 连续校准

每分析 20 个样品或每批次 (少于 20 个样品/批) 样品, 应分析一次校准曲线中间浓度点, 其测定结果值与实际浓度值的相对偏差应 $\leq 10\%$ , 否则应查找原因或重新建立校准曲线。每批样品分析完毕后, 应进行一次标准曲线最低点的分析, 其测定结果与实际浓度值相对偏差应 $\leq 30\%$ 。

### 13 废物处理

实验中产生的废液和废物应集中收集，分类保管，并做好相应标记，危险废物委托有资质的单位处理。

### 14 注意事项

14.1 实验室所用器皿，在使用前须用硝酸溶液（5.6）浸泡至少 12h 后，用去离子水冲洗干净后方可使用。

14.2 当向微波消解罐加入酸溶液时，应观察罐内的反应情况，若有剧烈的化学反应，待反应结束后再将消解罐密封。

14.3 使用微波消解样品时，注意消解罐使用的温度和压力限制，消解前后应检查消解罐密封性。检查方法为：当消解罐加入样品和消解液后，盖紧消解罐并称量（精确到 0.01g），样品消解完，待消解罐冷却至室温后，再次称量，记录每个罐的重量。如果消解后的重量比消解前的重量减少超过 10%，舍弃该样品，并查找原因。

14.4 为保证仪器的稳定性和实验的准确性，应参照仪器说明书，定期或测定一定数量样品后对仪器的雾化器、矩管、采样锥和截取锥进行清洗。

地方标准信息服务平台

附 录 A  
(规范性)  
方法的检出限和测定下限

序号	元素	方法检出限 (mg/kg)	测定下限 (mg/kg)
1	钪(Sc)	0.04	0.16
2	钇(Y)	0.04	0.16
3	镧(La)	0.02	0.08
4	铈(Ce)	0.06	0.24
5	镨(Pr)	0.01	0.04
6	钕(Nd)	0.03	0.12
7	钐(Sm)	0.03	0.12
8	铕(Eu)	0.03	0.12
9	钆(Gd)	0.03	0.12
10	铽(Tb)	0.02	0.08
11	镝(Dy)	0.03	0.12
12	钬(Ho)	0.02	0.08
13	铒(Er)	0.03	0.12
14	铥(Tm)	0.02	0.08
15	镱(Yb)	0.02	0.08
16	镱(Lu)	0.01	0.04

地方标准信息服务平台

附 录 B  
(资料性)  
目标元素的推荐质量数和内标物

序号	元素	质量数	内标物
1	钪(Sc)	45	Rh
2	钇(Y)	89	Rh
3	镧(La)	139	Rh
4	铈(Ce)	140	Rh
5	镨(Pr)	141	Rh
6	钕(Nd)	146	Rh
7	钐(Sm)	147	Rh
8	铕(Eu)	153	Re
9	钆(Gd)	157	Re
10	铽(Tb)	159	Re
11	镝(Dy)	163	Re
12	钬(Ho)	165	Re
13	铒(Er)	166	Re
14	铥(Tm)	169	Re
15	镱(Yb)	172	Re
16	镥(Lu)	175	Re

地方标准信息服务平台

附 录 C  
(资料性)  
六家实验室的精密度汇总

表 C.1 六家实验室的精密度汇总

元素	实验室内相对标准偏差 (%)			实验室间相对标准偏差 (%)						重复性限 r (mg/kg)						再现性限 R (mg/kg)					
	土壤标样	沉积物标样	实际样品	土壤		沉积物		实际样品		土壤		沉积物		实际样品		土壤		沉积物		实际样品	
				GSS-27	GSS-34	GSD-3a	GSD-23	S1	S2	GSS-27	GSS-34	GSD-3a	GSD-23	S1	S2	GSS-27	GSS-34	GSD-3a	GSD-23	S1	S2
Sc	1.1~7.1	0.3~7.2	0.9~4.8	5.5	11.1	10.7	8.0	5.7	2.5	2.35	1.29	0.90	1.62	0.87	1.29	3.10	4.55	3.41	3.60	1.49	1.44
Y	0.8~10	1.0~11.2	0.7~8.5	7.3	3.9	7.4	8.5	4.4	14.1	1.45	3.21	3.99	4.72	2.09	0.70	5.87	3.95	6.70	7.59	2.82	2.15
La	8.4~3.7	0.6~6.6	1.0~5.3	7.4	4.8	3.9	8.4	4.9	3.0	3.14	2.77	3.14	3.71	3.31	1.11	9.20	5.62	5.41	9.86	5.06	1.39
Ce	1.2~8.9	0.7~9.5	1.0~4.9	5.7	4.3	4.1	7.3	2.5	2.1	5.96	8.81	5.43	9.98	5.95	5.28	14.88	8.16	6.26	9.05	6.79	5.71
Pr	0.4~6.0	0.7~9.5	0.4~6.8	5.1	4.7	3.8	4.1	5.3	12.3	0.83	0.80	0.93	1.29	0.70	0.38	1.66	1.45	1.36	1.59	1.27	0.85
Nd	1.2~6.5	0.9~9.6	1.0~4.7	6.5	7.0	4.4	6.2	4.1	8.1	3.63	3.37	3.44	4.53	2.68	0.69	9.25	7.63	5.50	7.36	3.94	2.01
Sm	0.2~8.2	0.5~9.3	0.3~10	7.9	8.9	4.6	6.4	12.9	13.2	0.61	0.74	0.59	0.88	0.68	0.28	1.68	1.77	1.00	1.41	1.78	0.58
Eu	0.06~7.2	0.1~8.4	0.05~16	12.4	10.4	15.9	9.7	12.2	15.8	0.24	0.19	0.13	0.23	0.25	0.10	0.60	0.44	0.59	0.42	0.37	0.15
Gd	0.2~11	0.4~11.5	0.2~8.0	10.3	7.8	14.6	11.2	14.0	15.3	0.94	1.04	0.93	0.72	0.58	0.27	2.06	1.55	2.66	2.02	1.74	0.66
Tb	0.03~7.2	0.04~11.4	0.05~16.7	6.7	8.3	7.2	7.6	16.8	17.2	0.10	0.11	0.11	0.16	0.17	0.06	0.21	0.22	0.21	0.24	0.31	0.11
Dy	0.2~5.8	0.4~6.4	0.3~9.5	2.6	4.4	3.2	4.9	6.7	12.2	0.42	0.41	0.41	0.57	0.44	0.16	0.56	0.71	0.58	0.83	0.76	0.43
Ho	0.04~7.3	0.1~11.7	0.06~15.7	4.3	10.4	4.0	6.7	15.7	16.0	0.11	0.11	0.13	0.20	0.12	0.07	0.17	0.31	0.16	0.25	0.31	0.12
Er	0.1~7.8	0.2~9.5	0.09~8.9	2.6	6.4	4.4	4.5	10.2	9.3	0.30	0.31	0.32	0.39	0.30	0.12	0.35	0.56	0.46	0.50	0.63	0.22

表 C.1 六家实验室的精密度汇总（续）

元素	实验室内相对标准偏差（%）			实验室间相对标准偏差（%）						重复性限 r（mg/kg）						再现性限 R（mg/kg）					
	土壤标样	沉积物标样	实际样品	土壤		沉积物		实际样品		土壤		沉积物		实际样品		土壤		沉积物		实际样品	
				GSS-27	GSS-34	GSD-3a	GSD-23	S1	S2	GSS-27	GSS-34	GSD-3a	GSD-23	S1	S2	GSS-27	GSS-34	GSD-3a	GSD-23	S1	S2
Tm	0~7.7	0.02~11.9	0.02~15.9	6.0	10.3	9.0	7.1	8.4	12.2	0.09	0.06	0.09	0.11	0.15	0.04	0.11	0.13	0.14	0.13	0.15	0.06
Yb	0.3~8.0	0.2~9.6	0.07~12.3	1.8	5.1	4.6	7.0	13.4	17.3	0.46	0.32	0.26	0.45	0.36	0.17	0.50	0.47	0.44	0.69	0.83	0.44
Lu	0.01~11	0.03~13.2	0.02~16.8	5.7	4.6	7.1	5.0	7.3	10.4	0.07	0.08	0.09	0.11	0.08	0.06	0.10	0.09	0.12	0.12	0.09	0.07

地方标准信息服务平台

附 录 D  
(资料性)  
六家实验室的正确度汇总

D.1 六家实验室的正确度汇总表（土壤标准样品）。

表 D.1 六家实验室的正确度汇总表（土壤标准品）

元素	GSS-27			GSS-34		
	实验室间 相对误差 均值 $\overline{E}$ (%)	实验室间相对误差 的标准偏差 $S \overline{E}$ (%)	相对误差 最终值 (%) $\overline{E}_{\pm 2S} \overline{E}$	实验室间 相对误差 均值 $\overline{E}$ (%)	实验室间相对误差 的标准偏差 $S \overline{E}$ (%)	相对误差 最终值 (%) $\overline{E}_{\pm 2S} \overline{E}$
Sc	4.8	2.9	4.8±5.9	7.9	7.2	7.9±14.5
Y	9.5	6.6	9.5±13.2	6.0	3.6	6.0±7.3
La	6.7	1.8	6.7±3.5	6.4	4.5	6.4±9.0
Ce	5.1	5.9	5.1±11.7	3.8	2.3	3.8±4.6
Pr	5.7	4.4	5.7±8.9	6.4	3.8	6.4±7.7
Nd	7.5	6.9	7.5±13.8	6.0	3.9	6.0±7.7
Sm	7.8	4.5	7.8±9.0	7.6	3.2	7.6±6.5
Eu	11.1	8.8	11.1±17.6	8.0	5.6	8.0±11.1
Gd	7.3	9.0	7.3±18.1	6.2	4.9	6.2±9.8
Tb	5.5	3.3	5.5±6.5	8.0	3.4	8.0±6.9
Dy	3.1	2.1	3.1±4.1	3.5	3.7	3.5±7.3
Ho	4.9	3.7	4.9±7.4	7.8	5.8	7.8±11.6
Er	3.5	2.5	3.5±5.1	6.2	3.0	6.2±6.0
Tm	10.0	5.4	10±10.8	11.9	2.9	11.9±5.8
Yb	7.3	1.7	7.3±3.4	8.7	4.6	8.7±9.3
Lu	10.9	5.0	10.9±10.1	8.4	4.2	8.4±8.4

## D.2 六家实验室的正确度汇总表（沉积物标准样品）。

表 D.2 六家实验室的正确度汇总表（沉积物标准品）

元素	GSD-3a			GSD-23		
	实验室间 相对误差 均值 $\overline{E}$ (%)	实验室间 相对误差 的标准偏差 $S\overline{E}$ (%)	相对误差 最终值 (%) $\overline{E} \pm 2S\overline{E}$	实验室间 相对误差 均值 $\overline{E}$ (%)	实验室间 相对误差 的标准偏差 $S\overline{E}$ (%)	相对误差 最终值 (%) $\overline{E} \pm 2S\overline{E}$
Sc	9.7	5.5	7.9±11.0	8.9	4.1	8.9±8.2
Y	6.9	6.6	6.9±13.3	7.8	6.0	7.8±11.9
La	2.2	3.4	2.2±6.8	7.2	2.8	7.2±5.7
Ce	3.9	2.8	3.9±5.6	6.8	3.4	6.8±6.8
Pr	5.1	4.0	5.1±8.1	5.4	3.4	5.4±6.8
Nd	6.9	4.7	6.9±9.5	8.7	3.3	8.7±6.7
Sm	5.0	4.8	5.0±9.6	6.5	3.6	6.5±7.2
Eu	13.4	5.0	13.4±10.0	8.2	3.7	8.2±7.3
Gd	12.1	6.4	12.1±12.8	12.5	9.9	12.5±19.7
Tb	4.6	5.3	4.6±10.5	5.4	4.9	5.4±9.7
Dy	5.7	3.1	5.7±6.1	9.1	4.4	9.1±8.8
Ho	6.1	3.8	6.1±7.5	9.0	6.1	9.0±12.3
Er	7.5	4.0	7.5±8.1	7.0	4.2	7.0±8.3
Tm	11.2	7.9	11.2±15.8	8.4	5.1	8.4±10.2
Yb	12.6	4.0	12.6±8.0	8.8	6.3	8.8±12.7
Lu	11.2	6.3	11.2±12.6	4.5	3.9	4.5±7.8



## D.3 六家实验室的正确度汇总表（实际样品）。

表 D.3 六家实验室的正确度汇总表（实际样品）

元素	S1			S2		
	加标回收率 均值 P (%)	加标回收率 的标准偏差 $S^{\bar{P}}$ (%)	加标回收率 最终值 (%) $\bar{P} \pm 2S^{\bar{P}}$	加标回收率 均值 P (%)	加标回收率 的标准偏差 $S^{\bar{P}}$ (%)	加标回收率 最终值 (%) $\bar{P} \pm 2S^{\bar{P}}$
Sc	91.9	10.0	91.9±20.0	98.2	2.8	98.2±5.6
Y	91.8	2.6	91.8±5.2	91.5	5.3	91.5±10.6
La	87.8	7.7	87.8±15.5	85.2	13.7	85.2±27.5
Ce	87.6	9.5	87.6±19.0	88.3	6.9	88.3±13.7
Pr	93.7	1.8	93.7±3.7	97.7	6.2	97.7±12.4
Nd	87.0	3.5	87.0±6.9	86.1	4.9	86.1±9.9
Sm	90.0	9.2	90.0±18.3	93.6	6.7	93.6±13.4
Eu	95.0	10.3	95.0±20.6	83.7	10.9	83.7±21.7
Gd	89.1	7.6	89.1±15.2	94.4	4.4	94.4±8.7
Tb	95.0	9.8	95.0±19.5	89.6	9.6	89.6±19.2
Dy	91.7	7.9	91.7±15.8	96.4	5.5	96.4±11.1
Ho	94.5	9.5	94.5±19.0	89.9	6.7	89.9±13.4
Er	94.1	8.6	94.1±17.2	97.7	4.3	97.9±8.5
Tm	96.7	4.1	96.7±8.1	92.4	7.6	92.4±15.3
Yb	95.8	6.3	95.8±12.6	97.7	1.4	97.7±2.7
Lu	94.6	6.1	94.6±12.2	94.8	4.6	94.8±9.2

参 考 文 献

- [1] 倪嘉缙. 稀土生物无机化学[M].第 2 版.北京;科学出版社, 2002.
- [2] Xu H E.The Progress of Resource, Environment and Health in China[M]. Beijing: Peking University Medical Press,2004,1-112.
- [3] 康金春,李端婷.微波消解-ICP-MS 测定岩石中稀土元素的试验研究[J]. 化学与粘合 , 2021, 43(3): 231-233.
- [4] 龚仓,丁洋,等.五酸溶样-电感耦合等离子体法同时测定地质样品中的稀土等 28 种金属元素[J]. 岩矿测试 , 2021, 40(3): 340-348.
- [5] 王贵超,刘荣丽, 等.微波消解-电感耦合等离子体法测定深海沉积物中稀土总量[J]. 理化检验-化学分册 , 2021, 57(7): 627-632.
- [6] 孙秀萍,高朝勇,等.ICP-MS 法测定土壤中稀土元素的消解条件研究[J]. 化学研究与应用 , 2021, 33(7): 49-53.
- [7]张祎玮, 蒋俊平, 等. 微波消解-电感耦合等离子体质谱法测定土壤中稀土元素条件优化[J]. 干旱环境监测 , 2021, 35(2): 1403-1409.
- 

地方标准信息服务平台