

# 团 体 标 准

T/HNNMIA XX—2020

## 土壤 重金属元素可提取态 氯化钙法

Soil-Extractable state of heavy metal elements-Calcium chloride method

(征求意见稿)

2020-XX-XX 发布

2020-XX-XX 实施

河南省有色金属行业协会 发布



## 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。

本文件由河南省地质矿产勘查开发局提出。

本文件由河南省有色金属行业协会归口。

本文件起草单位：河南省地质矿产勘查开发局第一地质矿产调查院、河南省岩石矿物测试中心、中国地质科学院郑州矿产综合利用研究所、河南省有色金属地质勘查总院、洛阳理工学院环境工程与化学学院。

本文件主要起草人：刘向磊、文田耀、李永新、闫晓、倪文山、王琳、时志路、王腾飞、付小波、王凯凯、李怀超、江伟。

本文件为首次发布。



## 土壤 重金属元素可提取态 氯化钙法

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

### 1 范围

本文件规定了氯化钙法提取、测定土壤中铬、镍、铜、锌、镉、铅、砷、汞可提取态的方法。本文件适用于土壤中上述8种重金属元素可提取态的测定。方法的检出限和测定范围见表1。

表1 方法检出限和测定范围 (mg/kg)

元素	方法检出限	测定范围	元素	方法检出限	测定范围
可提取态 Cr	0.070	0.36~10.00	可提取态 Cd	0.005	0.020~5.00
可提取态 Ni	0.040	0.16~10.00	可提取态 Pb	0.020	0.080~20.00
可提取态 Cu	0.050	0.20~10.00	可提取态 As	0.021	0.081~10.00
可提取态 Zn	0.192	0.08~50.00	可提取态 Hg	0.001	0.022~2.00

### 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 6379.2 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第2部分：确定标准方法的重复性和再现性的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管

GB/T 20001.4 标准编写规则 第4部分 试验方法标准

HJ 613 土壤 干物质和水分的测定 重量法

环办土壤函〔2017〕1332号 农用地土壤污染状况详查质量保证与质量控制技术规定

### 3 方法原理

在 20℃±2℃ 温度下，将通过孔径为 2mm 尼龙筛的土壤样品用浓度为 0.01 mol/L 氯化钙溶液以土液比为 1:10 (m/V) 的比例混合并振荡提取 120 min。振荡悬浮液经离心后用微孔滤膜过滤。取适量的

滤液用电感耦合等离子体质谱法测定土壤中铬、镍、铜、锌、镉、铅、砷的可提取态，用原子荧光光谱法测定土壤中汞的可提取态。

#### 4 试剂

本文件除非另有说明，在分析中均使用符合国家标准和分析纯化学试剂，所用水符合 GB/T 6682 分析实验室用三级水要求。

4.1 硼氢化钾，优级纯。

4.2 氢氧化钾，优级纯。

4.3 无水氯化钙，优级纯。

4.4 盐酸 ( $\rho$  1.19 g/mL)，优级纯。

4.5 硝酸 ( $\rho$  1.42 g/mL)，优级纯。

4.6 硝酸 (1+1) 1 体积的硝酸 (4.5) 和 1 体积的水等体积混合。

4.7 氯化钙溶液 (0.01 mol/L) 称取 1.1100 g 无水氯化钙 (4.3) 于 250 mL 烧杯中，用少量水溶解后转入 1000 mL 容量瓶中，用水定容至刻度，摇匀。

4.8 还原剂 (10 g/L  $\text{KBH}_4$ ) 称取 0.2 g 氢氧化钾 (4.2) 放入烧杯中，用少量水溶解，称取 1.0 g 硼氢化钾 (4.1) 放入氢氧化钾溶液中，用水稀释至 100 mL，此溶液现用现配。

4.9 载液 (5%) 量取 25 mL 硝酸 (4.5)，缓缓倒入放有少量去离子水的 500 mL 容量瓶中，用去离子水定容至刻度，摇匀。

4.10 单元素标准储备液 具体配制方法参见附录 A，也可购买市售有证的单元素标准溶液。

4.11 仪器调谐溶液 Ba、Bi、Ce、Co、In、Li、U 混合溶液 (1.0  $\mu$  g/mL)，仪器公司提供。

4.12 内标工作溶液 (10  $\mu$  g/L) 选用  $^{45}\text{Sc}$ 、 $^{103}\text{Rh}$ 、 $^{209}\text{Bi}$  作为内标元素，由 Sc、Rh、Bi 单元素标准储备溶液 (附录 A.9~A.11) 稀释、混合配制。

4.13 混合溶液 2 体积硝酸 (4.5) 和 98 体积氯化钙溶液 (4.7) 混合摇匀。

4.14 多元素混合标准储备溶液 具体配制方法参见附录 A。

4.15 多元素混合校准系列 直接分取多元素混合标准储备溶液 (4.14) 配制多元素混合校准系列，用混合溶液 (4.12) 定容。多元素混合校准系列的元素组合、质量浓度见表 2。

#### 4.16 汞标准工作溶液

4.16.1 汞标准工作溶液 (1.00 mg/L) 准确分取 1.00 mL 汞标准储备溶液 (4.10)，移入已含有 10 mL 硝酸 (4.6) 的 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

4.16.2 汞标准工作溶液 (100  $\mu$  g/L) 准确分取 10.0 mL 汞标准工作溶液 (4.16.1)，移入已含有 10 mL 硝酸 (4.6) 的 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

4.16.3 汞标准工作溶液 ( $10\mu\text{g/L}$ ) 准确分取 10.0 mL 汞标准工作溶液 (4.16.2), 移入已含有 10 mL 硝酸 (4.6) 的 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

表2 多元素混合校准系列

编号	元素	$\rho / (\mu\text{g/L})$
校准溶液 0	Cr, Ni, Cu, Zn, As, Pb	0.0
	Cd	0.0
校准溶液 1	Cr, Ni, Cu, Zn, As, Pb	4.0
	Cd	1.0
校准溶液 2	Cr, Ni, Cu, Zn, As, Pb	10.0
	Cd	2.5
校准溶液 3	Cr, Ni, Cu, Zn, As, Pb	20.0
	Cd	5.0
校准溶液 4	Cr, Ni, Cu, Zn, As, Pb	40.0
	Cd	10.0
校准溶液 5	Cr, Ni, Cu, Zn, As, Pb	80.0
	Cd	20.0
校准溶液 6	Cr, Ni, Cu, Zn, As, Pb	100.0
	Cd	25.0

## 5 仪器及材料

- 5.1 四极杆电感耦合等离子体质谱仪 仪器能在  $5\text{u}$ ~ $250\text{u}$  质荷比范围内进行扫描, 最小分辨率为 5% 峰高处具  $1\text{u}$  峰宽。
- 5.2 原子荧光光谱仪  $160\text{nm}$ ~ $320\text{nm}$ , 附汞空心阴极灯。
- 5.3 分析天平 I 级, 精度  $0.1\text{mg}$ 。
- 5.4 振荡器 翻转振荡型 (转速为  $25\pm 10\text{r/min}$ ) 或水平振荡型 (振荡频率为  $180\text{次/min}$ )。
- 5.5 恒温干燥箱 波动度  $\leq \pm 0.5\text{ }^\circ\text{C}$ , 均匀度  $\leq 2\text{ }^\circ\text{C}$ 。
- 5.6 离心机 适用于离心管 (5.8), 离心力在  $1\text{kg}$  以上。
- 5.7 具有螺纹管塞的锥形离心管 聚丙烯或其他合适材质, 容量为  $100\sim 250\text{mL}$ 。使用前应检查离心管和管塞是否干净。
- 5.8 膜过滤器 滤膜孔径为  $0.45\mu\text{m}$ , 可以与一次性塑料注射器连接。
- 5.9 一次性塑料注射器 容量为  $10\text{mL}\sim 20\text{mL}$ , 具有 Luer 式旋锁接口。
- 5.10 塑料试管 规格为  $10.0\text{mL}$ 。
- 5.11 氩气 高纯级, 纯度  $\geq 99.99\%$ 。

## 6 试样

## 6.1 试样制备。

将采集的土壤样品风干（自然风干或冷冻干燥）后，除去石子和动植物残体等异物，用木棒（或玛瑙棒）碾压，通过孔径为 2 mm 的尼龙筛，混匀后备用。

## 6.2 水分测定

按照 HJ 613 测定土壤中的水分。

## 7 分析步骤

### 7.1 测定次数

对同一试样，至少独立测定 2 次。

### 7.2 称取试样量

称取 10.00 g 试料（6.1），精确至 0.01 g。

### 7.3 空白试验

随同试料进行两份空白试验，所用试剂应取自同一试剂瓶，加入同等的量。

### 7.4 验证试验

随同试料分析与被测样品性质相同或相近的标准物质。

### 7.5 试料分解

#### 7.5.1 提取

准确称取土壤试样（6.1）10.00 g（精确至 0.01 g），置于具塞离心管（5.7）中，用移液管或定量加液器加入 100 mL 氯化钙溶液（4.7）至离心管中，拧紧管塞，放置于振荡器（5.4）中，将振荡器置于  $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  恒温干燥箱（5.5）中，以 25 r/min 翻转振荡或 180 次/min 水平振荡提取 120 min。

#### 7.5.2 固液相分离

7.5.2.1 将震荡提取后的离心管（7.5.1）放入离心机（5.6），在不少于 1 kg 的离心力下离心 10 min。

7.5.2.2 使用不少于 1 mL 的上清液润洗膜过滤器（5.8）和注射器（5.9），弃去润洗液。

7.5.2.3 使用注射器从离心管中取适量（例如 10 mL）上清液，将膜过滤器与注射器连接，推动注射器过滤上清液。

7.5.2.4 将过滤后的滤液保存在干净的塑料试管（5.10）中（制备滤液两份），滴加硝酸（4.5）1 滴~2 滴，摇匀待测。

#### 7.5.3 空白试样的制备

按照与试样制备相同的步骤（7.5.1 至 7.5.2）制备空白试样。每批样品至少制备两个空白试样。

## 7.6 可提取态 Cr、Ni、Cu、Zn、Cd、Pb、As 的测定

### 7.6.1 设置仪器工作条件



按仪器操作说明书规定条件启动四极杆电感耦合等离子体质谱仪(5.1),进行初始化调试。本方法所采用的分析仪器参考工作条件参见附录表 B.1,测量选用的同位素和内标元素参见附录表 B.2。

### 7.6.2 内标校正

本方法采用内标校正方法。选  $^{45}\text{Sc}$ 、 $^{103}\text{Rh}$ 、 $^{209}\text{Bi}$  为测定的混合内标元素。内标工作溶液(4.12)在测定时通过一个三通与样品溶液在线混合后引入等离子体,也可直接将混合内标工作溶液(4.12)加入到空白溶液、校准曲线溶液和样品溶液中。

### 7.6.3 校准曲线绘制

分别测定校准空白溶液和多元素混合校准工作溶液1~6(见附录表A.1),由计算机软件自动绘制各元素的校准曲线并存储数据。

### 7.6.4 测定

按测定条件进行空白试验溶液(7.3)、标准物质溶液(7.4)和试料溶液(7.5.2)的测定,计算试料中各元素的质量分数。

## 7.7 可提取态 Hg 的测定

### 7.7.1 设置工作条件

按仪器操作说明书规定条件启动原子荧光光谱仪(5.2),按附录表B.3条件调节仪器各项参数使仪器达到最佳测量状态。

### 7.7.2 校准曲线绘制

在一组 50 mL 容量瓶中,分别移取 0.00 mL、0.20 mL、0.40 mL、0.80 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 汞标准工作溶液(4.16.3),加入 12 mL 硝酸(4.6),用水稀释至刻度,摇匀。按(7.7.3)步骤进行测定。以汞的质量为横坐标,荧光强度为纵坐标,绘制汞的校准曲线。

### 7.7.3 试料测定

以硼氢化钾溶液(4.8)作还原剂,以硝酸溶液(4.9)作载流,进行空白试验溶液(7.3)、标准物质溶液(7.4)和试料溶液(7.5.2)的测定,计算试料中汞的质量分数。

## 8 结果

### 8.1 可提取态 Cr、Ni、Cu、Zn、Cd、Pb、As 结果的计算

试样中待测元素的质量分数以 $\omega$ (B)计,数值单位以(mg/kg)表示,按式(1)计算:

$$\omega(B) = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V}{(1 - f) m} \times 10^{-3} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$\rho_1$ ——从校准曲线上查得试料溶液中经基体干扰校正后待测元素的质量浓度,单位为微克每升( $\mu\text{g/L}$ );

$\rho_0$ ——从校准曲线上查得空白试验溶液中待测元素的质量浓度，单位为微克每升 ( $\mu\text{g/L}$ )；

$V$ ——制备液总体积，单位为毫升 (mL)；

$f$ ——土壤中水分含量 (%)；

$m$ ——试料质量，单位为克 (g)。

计算结果表示为：0.0××、0.××、×.××、××.×。

### 8.2 可提取态 Hg 结果的计算

试样中汞的质量分数以 $\omega(\text{Hg})$ 计，数值单位以 (ng/g) 表示，按式 (2) 计算：

$$\omega(\text{Hg}) = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{(1 - f) m} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$m_1$ ——从校准曲线上查得试料溶液中汞的质量，单位为微克 ( $\mu\text{g}$ )；

$m_0$ ——从校准曲线上查得空白试验溶液中汞的质量，单位为微克 ( $\mu\text{g}$ )；

$m$ ——试料质量，单位为克 (g)；

$f$ ——土壤中水分含量 (%)。

计算结果表示为：0.0××、0.××、×.××、××.×、×××。

### 8.3 结果的处理

#### 8.3.1 重复性和再现性

本文件的精密度数据由 8 个实验室的操作人员对 4 个水平的土壤样品进行共同试验，每个实验室对每个水平的样品独立测定 4 次，试验数据按 GB/T 6379.2 进行统计，方法的重复性和再现性见表 3。

在重复条件下，获得的两次独立结果差值的绝对值不大于重复性限  $r$ ，出现大于重复性限  $r$  的概率不大于 5%。

在再现性条件下，获得的两次独立测试结果差值的绝对值不大于再现性限  $R$ ，出现大于再现性限  $R$  的概率不大于 5%。

#### 8.3.2 结果的确定

按照附录 C 中步骤，根据式 (1) 和 (2) 计算独立重复测量结果，与重复性限  $r$  进行比较，来确定分析结果，准确度控制执行《农用地土壤污染状况详查质量保证与质量控制技术规定》。

表3 精密度

成分	精密度试验水平 $m$ (%)	重复性限 $r$	再现性限 $R$
可提取态 Cr	0.36~10.00	$r = 0.0534m - 0.2974$	$R = 0.0738m - 0.3190$
可提取态 Ni	0.16~10.00	$r = 0.0250m + 0.0021$	$R = 0.0248m + 0.0030$
可提取态 Cu	0.20~10.00	$r = 0.0122m + 0.0039$	$R = 0.0255m + 0.0053$
可提取态 Zn	0.08~50.00	$r = 0.0239m + 0.0196$	$R = 0.0264m + 0.0305$
可提取态 Cd	0.020~5.00	$r = 0.0372m + 0.0007$	$R = 0.0398m + 0.0017$
可提取态 Pb	0.080~20.00	$r = 0.0629m + 0.4117$	$R = 0.0841m + 0.4135$
可提取态 As	0.081~10.00	$r = 0.0376m + 0.0017$	$R = 0.0478m + 0.0021$
可提取态 Hg	0.022~2.00	$r = 0.0394m - 0.3733$	$R = 0.0503m - 0.5061$

### 8.3.3 实验室间的精密度

实验室间精密度用以评价两个实验室报出的最终检测结果之间的一致性。两个实验室按照8.3.2中规定的相同步骤报出测试结果后，按照式（3）计算：

$$\mu_{12} = \frac{\mu_1 + \mu_2}{2} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$\mu_{12}$ ——最终测试结果的平均值；

$\mu_1$ ——实验室1报出的最终测试结果；

$\mu_2$ ——实验室2报出的最终测试结果。

如果  $|\mu_1 - \mu_2| \leq R$  (见8.3.1)，最终测试结果是一致的。

### 8.3.4 最终测试结果的计算

试样的最终结果是可接受分析值的算术平均值，或者是附录C中的规定进行操作测得的值。

## 9 质量保证和控制

### 9.1 控制方法

每批试料分析时，应同时采用空白试验、重复样分析、标准物质验证等方法进行质量保证和控制。

### 9.2 控制样品的数量

每批试料分析时，按试样总数随机抽取 5% 的试样进行重复性密码分析，每批次分析试样数不超过 5 个时，重复分析数为 100 %。

附录 A  
(资料性附录)

A.1 铜标准储备溶液 (1.0mg/mL)

称取已于干燥器干燥 2h 后的优级纯金属铜 1.0000g 于 250mL 烧杯中, 加入 20mL 硝酸 (1+1), 加热溶解后, 移入 1000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀备用。

A.2 铅标准储备溶液 (1.0mg/mL)

称取已于干燥器干燥 2h 后的优级纯铅粒 1.0000g 于 250mL 烧杯中, 加入 20mL 硝酸 (1+1), 加热溶解后移入 1000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀备用。

A.3 锌标准储备溶液 (1.0mg/mL)

称取已于 800℃ 条件下灼烧 1h 后的光谱纯氧化锌 1.2447g 于 250mL 烧杯中, 加入 30mL 水及 10mL 盐酸, 加热溶解, 煮沸, 待溶解完全, 冷却后, 移入 1000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀备用。

A.4 铬标准储备溶液 (1.0mg/mL)

称取已于 150℃ 条件下干燥 2h 后的基准重铬酸钾 2.8289g 于 250mL 烧杯中, 加水溶解后, 移入 1000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀备用。

A.5 镉标准储备溶液 (1.0mg/mL)

称取 1.0000g 优级纯金属镉, 加入 20mL 硝酸 (1+1) 溶解后, 移入 1000mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀备用。

A.6 镍标准储备溶液 (1.0mg/mL)

称取已于干燥器干燥 2h 后的光谱纯镍粉 1.0000g 于 250mL 烧杯中, 加入 10mL 硝酸及少许水, 微热溶解, 冷却后移入 1000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀备用。

A.7 砷标准储备溶液 (100 $\mu$ g/mL)

称取已于 105℃ 条件下干燥 2h 后的光谱纯三氧化二砷 0.1320g 置于 100 mL 烧杯中, 加入 10 mL 氢氧化钠溶液 (40 g/L), 搅拌、溶解。加入 10 mL 盐酸 (1+1), 冷却后移入 1000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀备用。

A.8 汞标准储备溶液 (100 $\mu$ g/mL)

称取已于干燥器中干燥过夜的氯化汞 (质量分数 $\geq$ 99.95%) 0.1354g 置于 100mL 烧杯中, 加入 20 mL 硝酸 (1+1), 低温加热至溶解完全。取下, 冷却后, 移入已含有 40mL 硝酸的 1000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀备用。

A.9 铊标准溶液 (1.0mg/mL)

称取已于干燥器干燥 2h 后的光谱纯氯铊酸铵 0.3860g 于 50mL 烧杯中, 加入 10mL 盐酸和少量

氯化钠溶解。移入 100 mL 容量瓶中，用盐酸（1+9）稀释至刻度，摇匀。

#### A.10 钪标准溶液（1.0 mg/mL）

称取已于干燥器干燥 2 h 后的三氧化二钪 1.5338 g 于 200 mL 烧杯中，加入 10 mL 盐酸，盖上表面皿，微热溶解，冷却后移入 1000 mL 容量瓶中，用盐酸（1+9）稀释至刻度，摇匀。

#### A.11 铋标准溶液（1.0 mg/mL）

称取 1.0000 g 高纯金属铋于 200 mL 烧杯中，加入 50 mL 硝酸溶液（1+1），微热溶解后，冷却，移入 1000 mL 容量瓶中，用硝酸（1+9）稀释至刻度，摇匀。

#### A.12 多元素混合标准储备溶液

直接分取单元素标准储备溶液配制多元素混合标准储备溶液，用混合溶液（4.12）定容。多元素混合标准储备溶液的浓度见表 A.1。

表A.1 多元素混合标准工作溶液

标准储备液编号	元素	$\rho / (\mu\text{g/L})$
标准储备液（附录 A.1~A.4, A.6~A.7）	Cr, Ni, Cu, Zn, Pb, As	500
标准储备液（附录 A.5）	Cd	125

## 附录 B (资料性附录)

四极杆电感耦合等离子体质谱仪测定可提取态铬、镍、铜、锌、镉、铅、砷量的参考工作条件参见表B.1。

表B.1 四极杆电感耦合等离子体质谱仪参考工作条件

工作参数	设定值	工作参数	设定值
正向功率	1550 W	测量方式	跳峰
冷却气 (Ar) 流量	13 L/min	质量通道	3
辅助气 (Ar) 流量	0.8 L/min	扫描次数	30
采样锥 (Ni) 孔径	1.0 mm	驻留时间	10 ms
截取锥 (Ni) 孔径	0.5 mm	测定时间	60 s

仪器调谐: 仪器点燃后至少稳定 30min, 期间用含  $1.0 \mu\text{g/L}$  的 Be、Co、In、Ce、U 的调谐溶液 (4.11) 进行仪器参数最佳化调试。观测调谐元素的灵敏度、稳定性以及氧化物水平 (CeO/Ce 值小于或等于 0.015) 等分析指标, 以确定仪器最佳工作条件。

测量中选用的分析同位素、内标元素及选用的干扰校正参见表 B. 2。

表B.2 测量选用的同位素、内标元素及干扰校正元素

元素	选用的 m/z	内标	干扰注释	监测同位素
Cr	52	$^{45}\text{Sc}$ 、 $^{103}\text{Rh}$ 、 $^{209}\text{Bi}$		
Ni	62	$^{45}\text{Sc}$ 、 $^{103}\text{Rh}$ 、 $^{209}\text{Bi}$		
Cu	65	$^{45}\text{Sc}$ 、 $^{103}\text{Rh}$ 、 $^{209}\text{Bi}$		
Zn	66	$^{45}\text{Sc}$ 、 $^{103}\text{Rh}$ 、 $^{209}\text{Bi}$		
Cd	114	$^{45}\text{Sc}$ 、 $^{103}\text{Rh}$ 、 $^{209}\text{Bi}$	$^{114}\text{Sn}$	$^{118}\text{Sn}$
Pb	208	$^{45}\text{Sc}$ 、 $^{103}\text{Rh}$ 、 $^{209}\text{Bi}$		
As	75	$^{45}\text{Sc}$ 、 $^{103}\text{Rh}$ 、 $^{209}\text{Bi}$		

表B.3 原子荧光光谱仪参考工作条件

工作参数	设定值	工作参数	设定值
负高压/V	300	载气流量/ (mL/min)	400
灯电流/mA	8	屏蔽气流量/ (mL/min)	100 0
观测高度/mm	8	测量方式	标准曲线

附 录 C  
(规范性附录)  
试样分析值接受程序流程图

试样分析值接受程序流程见图C.1。  
从独立的重复结果开始

