ICS 77.120.60

CCS H 13

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T ××××—202×

|  |
| --- |
|  |

YS

高纯锡化学分析方法

杂质元素含量的测定

辉光放电质谱法

Method for chemical analysis of high purity tin——

Determination of impurity elements contents——

Glow discharge mass spectrometry

（送审稿）

202×－××－×× 发布　　　　　　　　　202×－××－×× 实施

中 华 人 民 共 和 国 工 业 和 信 息 化 部 发布

前 言

本文件按照GB/T1.1-2020《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专利的责任。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件负责起草单位：国合通用测试评价认证股份公司，国标（北京）检验认证有限公司，金川集团股份有限公司、钢研纳克检测技术股份有限公司、峨嵋半导体材料研究所、贵研铂业股份有限公司。

本文件主要起草人：刘红、杨复光、陈雄飞、刘英、王长华、胡芳菲、赵景鑫、刘鹏宇、李娜、秦芳林、侯艳霞、杨国武、黎亚文、马媛。

高纯锡化学分析方法

杂质元素含量的测定

辉光放电质谱法

1 范围

本文件规定了高纯锡中杂质元素含量的测定方法，测定元素见表1。

本文件适用于高纯锡中杂质元素含量的测定。各元素测定范围：0.001 μg/g~100 μg/g。

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 测量方法与结果的准确度

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

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

标准样品 standard sample

有证或具有溯源性的标准样品，用于测定获得待测元素的相对灵敏度因子。

3.2

仪器检测器校正样品 detector calibration sample

能使辉光放电质谱仪产生同时位于不同检测器线性动态范围内稳定信号的样品。

3.3

仪器质量数校正样品 mass calibration sample

对辉光放电质谱仪进行精确质量数校正，用于确定质量峰位置的样品。

4 原理

高纯锡样品作为放电阴极进行辉光放电，其表面原子被等离子体中带电粒子轰击发生溅射，溅射产生的原子被离子化后，离子束通过电场加速进入质谱仪进行测定。在每一待测元素选择的同位素质量处以预设的扫描点数和积分时间对应谱峰积分，所得面积为谱峰强度。无标准样品时，计算机根据仪器软件中的“典型相对灵敏度因子”自动计算出各元素的质量分数；有标准样品时，需通过与被测试样相同的分析条件、离子源结构以及测试条件下对标准样品进行独立测定获得相对灵敏度因子，应用该相对灵敏度因子计算出各元素的质量分数。

5 试验条件

5.1 试验在20℃~25℃室温下进行。

5.2 相对湿度：不大于65%。

6 试剂或材料

除非另有说明，在分析中所使用的试剂均为优级纯；所用的去离子水电阻率≥18 MΩ·cm。

6.1 盐酸（*ρ*=1.19 g/mL）。

6.2 硝酸（*ρ*=1.42 g/mL）。

6.3 盐酸（1+1）。

6.4 硝酸（1+1）。

6.5 无水乙醇（*ρ*=0.789 g/mL）。

6.6 氮气（体积分数≥99.99%）。

6.7 高纯氩气（体积分数≥99.9995%）。

6.8 高纯锡标准样品：有证或具有溯源性的高纯锡标准样品。

6.9 背景空白样品：高纯锡样品（比被测杂质元素含量更低）作为背景空白样品，检测仪器的背景空白。

6.10 检测器校正样品：高纯钽材料（*w*Ta≥99.99%）。

6.11 质量校正样品：黄铜合金或高纯钽（*w*Ta≥99.99%）。

7 仪器设备

7.1 辉光放电质谱仪：质量分辨率大于3000，测定元素见表1。测定时要求基体同位素120Sn信号强度不小于5×109cps，峰形符合分辨率要求。用仪器检测器校正样品（6.10）和仪器质量数校正样品（6.11）对仪器进行检测器校正和质量数校正。

表1测定元素及同位素表

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 同位素质量数 | 元素 | 同位素质量数 | 元素 | 同位素质量数 | 元素 | 同位素质量数 | 元素 | 同位素质量数 |
| Li | 7 | Sc | 45 | Br | 79，81 | Sn | 120 | Ta | 181 |
| Be | 9 | Ti | 48 | Se | 77，82 | Nd | 146 | W | 184 |
| B | 11 | V | 51 | Rb | 85 | Sm | 152 | Re | 187 |
| F | 19 | Cr | 52 | Sr | 88 | Eu | 151 | Os | 190 |
| Na | 23 | Mn | 55 | Y | 89 | Gd | 155 | Ir | 191 |
| Mg | 24 | Fe | 56 | Zr | 90 | Tb | 159 | Pt | 194 |
| Al | 27 | Co | 59 | Nb | 93 | Dy | 163 | Au | 197 |
| Si | 28 | Ni | 58 | Mo | 95 | Ho | 165 | Hg | 202 |
| P | 31 | Cu | 63 | Ru | 101 | Er | 166 | Tl | 205 |
| S | 32 | Zn | 66 | Rh | 103 | Tm | 169 | Pb | 208 |
| Cl | 35 | Ga | 69 | Pd | 105 | Yb | 172 | Bi | 209 |
| K | 39 | Ge | 70 | Ag | 109 | Lu | 175 | Th | 232 |
| Ca | 44 | As | 75 | Cd | 111 | Hf | 178 | U | 238 |

7.2 制样加工设备：能够将试样加工成满足仪器要求的形状和大小，并使其具有平坦光滑的表面，包括切割机、压片机、抛磨机、超声清洗机等。

8 样品

8.1 试样具有均匀性和代表性。

8.2 样品尺寸要求能放入辉光放电离子源内并且能够稳定地进行辉光放电。常规样品指棒状或片状的金属样品，制备成为棒状或片状，制备成直径为2 mm~3 mm、长约22 mm的细棒，或者厚度为1 mm~20 mm、直径为12 mm~60 mm的片状，保持样品表面光洁和平整。

8.3 在装样之前，试料的表面应通过腐蚀清洗：用乙醇（6.5）清洗样品表面上的油污，后用超纯水清洗，用盐酸（6.3）腐蚀10 min，用超纯水反复冲洗后，在超声机中超声清洗10 min，用水冲洗后，用高纯氮气（6.6）吹干，装载在样品池上进行测试。

9 试验步骤

9.1 空白试验

条件允许，应在与试样相同的条件下测量背景空白样品（6.9）。

9.2 测定

9.2.1 试样装入

试样清洗干燥后，尽量缩短样品清洁表面在实验室环境的暴露时间。迅速装入到辉光放电离子源中，开启辉光放电。

9.2.2试样预溅射

在正式采集数据前进行5 min~20 min的预溅射，去除样品表面污染；然后将辉光放电离子源溅射条件调节到分析所需要的条件。

9.2.3同位素与分辨率的选择

对于GDMS 中多原子离子等干扰是确实存在的，为了得到准确的分析结果, 必须将影响准确测定离子强度的干扰排除或者减小到最低的程度。选择合适的质量数，如表1所示：

9.3 相对灵敏度因子的测定

9.3.1半定量分析

半定量分析时，仪器软件中的“典型相对灵敏度因子”可用作被测元素的相对灵敏度因子。

9.3.2定量分析

定量分析时，使用高纯锡标准物质（待测元素的含量比检出限大100倍且小于100 *m*g/kg）进行实验，连续3次的测定数据满足表2要求时，取3次测定数据的平均值，按式（1）得出被测元素相对灵敏度因子（RSF）。

………………… (1)

式中：

RSF（X/Sn）——在特定辉光放电条件下测定Sn中元素X的相对灵敏度因子；

ω（X）——元素X的质量分数，单位为微克每克（*μ*g/g）；

A（X*i*）——元素X的*i*同位素丰度；

I（Sn*j*）——元素Sn的j同位素谱峰强度, 以每秒计数（cps）表示；

ω（Sn）——基体元素Sn的质量分数定义为1.00×106， 单位为微克每克（*μ*g/g）；

A（Sn*j*）——基体元素Sn的*j*同位素丰度；

I（X*i*）——元素X的*i*同位素谱峰强度, 以每秒计数（cps）表示；

表2相对灵敏度因子测定、预溅射、等离子体稳定性试验所需的相对标准偏差

|  |  |
| --- | --- |
| 分析含量范围  µg/g | 相对标准偏差  / % |
| 0.001~0.01 | 100 |
| ＞0.01~0.05 | 50 |
| ＞0.05~0.5 | 30 |
| ＞0.5~5 | 20 |
| ＞5~100 | 10 |

9.4 样品测量

9.4.1 将仪器调节处在最佳状态，在预分析溅射条件下开始辉光放电。

9.4.2 在确定相对灵敏度因子相同的分析条件下，测定样品中痕量元素的含量。最后三次测量数据的相对标准偏差应满足表2， 则应对测量数据进行确认，并计算最后3个测量数据的平均值。

10 试验数据处理

被测元素的含量以质量分数*w*（X/Sn）计，以µg/kg表示，按公式（1）计算：

……………………………… (1)

式中：

——待测元素质量分数，单位为微克每克（µg/g）；

——在特定辉光放电条件下测定Sn中X元素的校正系数，即“典型相对灵敏度因子”；

——待测元素X的同位素谱峰强度，以每秒计数（cps）表示；

——元素的同位素谱峰强度，以每秒计数（cps）表示；

——Sn元素的同位素丰度；

——待测元素X的同位素丰度；

——Sn的质量分数定义为1.00×106，单位为微克每克（µg/g）。

分析结果由计算机直接给出。元素含量一般以µg/g表示，结果如小于0.01 µg/g，取修约小数点后一位有效数字；如大于等于0.01 µg/g并小于10 µg/g，取两位有效数字；大于等于10 µg/g取整数部分有效位数。数字修约按GB/T 8170的规定执行。

11 精密度

精密度数据是在2019年由5家实验室对高纯锡中杂质元素含量共同试验确定的。每个实验室对同一个高纯铑样品在重复性条件下测定7次。测量的原始数据见表A.1。实验室内与实验室间在重复性条件和再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表3给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过表3所列相对允许差，超过的情况不超过5%。

表3 相对允许差

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 元素含量范围  µg/g | 实验室内相对允许差  % | 实验室间相对允许差  % |
| 0.001～0.1 | 200 | 400 |
| ＞0.1～1 | 150 | 300 |
| ＞1～10 | 100 | 200 |
| ＞10～100 | 80 | 150 |

12 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

试样名称及编号；

本文件编号；

分析结果及其表示；

与基本分析步骤的差异；

测定中观察到的异常现象；

试验日期。

附录A

（资料性）

精密度试验原始数据

表A.1 精密度试验原始数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 测定元素 | 实验室 | n (单位：µg/g) | | | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Li | 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |  |
| 2 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 |  |
| 3 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 |
| 4 | 0.0011 | 0.0061 | 0.0031 | 0.0065 | 0.005 | 0.0076 | 0.0054 |
| 5 | <0.0005 | <0.0005 | <0.0005 | <0.0005 | <0.0005 | <0.0005 | <0.0005 |
| Be | 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |  |
| 2 | 0.001 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.001 | 0.000 |  |
| 3 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 |
| 4 | 0.0048 | 0.0031 | 0.0071 | 0.0068 | 0.0029 | 0.0066 | 0.0023 |
| 5 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 |
| B | 1 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.002 | 0.001 | 0.001 |  |
| 2 | 0.002 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.001 | 0.000 |  |
| 3 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 |
| 4 | 0.0026 | 0.0039 | 0.0025 | 0.0025 | 0.0047 | 0.0097 | 0.0072 |
| 5 | <0.0003 | <0.0003 | <0.0003 | <0.0003 | <0.0003 | <0.0003 | <0.0003 |
| F | 1 | 0.002 | 0.003 | 0.003 | 0.003 | 0.003 | 0.002 |  |
| 2 | 0.002 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.003 |  |
| 3 | 0.0011 | 0.0007 | 0.0002 | 0.0000 | 0.0007 | 0.0003 | 0.0005 |
| 4 | 0.0005 | 0.0021 | 0.0003 | 0.001 | 0.0003 | 0 | 0 |
| 5 | 0.0025 | 0.0029 | 0.0022 | 0.0022 | 0.002 | 0.0018 | 0.0019 |
| Na | 1 | 0.003 | 0.003 | 0.002 | 0.002 | 0.002 | 0.002 |  |
| 2 | 0.001 | 0.001 | 0.002 | 0.002 | 0.001 | 0.002 |  |
| 3 | 0.0085 | 0.0057 | 0.0052 | 0.0056 | 0.0049 | 0.0060 | 0.0035 |
| 4 | 0.0027 | 0.0024 | 0.0007 | 0.0009 | 0.0015 | 0.0005 | 0.002 |
| 5 | 0.0004 | 0.0006 | 0.0007 | 0.0009 | 0.0006 | 0.0011 | 0.001 |
| Mg | 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |  |
| 2 | 0.000 | 0.001 | 0.002 | 0.000 | 0.002 | 0.000 |  |
| 3 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 |
| 4 | 0.0018 | 0.0006 | 0.0021 | 0.0015 | 0.0008 | 0.0004 | 0 |
| 5 | 0.0006 | 0.0004 | 0.0002 | 0.0003 | 0.0005 | 0.0004 | 0.0009 |
| Al | 1 | 0.003 | 0.002 | 0.004 | 0.003 | 0.003 | 0.002 |  |
| 2 | 0.012 | 0.009 | 0.007 | 0.003 | 0.015 | 0.011 |  |
| 3 | 0.0088 | 0.0048 | 0.0064 | 0.0042 | 0.0018 | 0.0016 | 0.0010 |
| 4 | 0.005 | 0.0022 | 0.0073 | 0.0021 | 0.0018 | 0.0012 | 0.002 |
| 5 | 0.0384 | 0.027 | 0.0189 | 0.0227 | 0.0217 | 0.03 | 0.0226 |
| Si | 1 | 0.028 | 0.021 | 0.021 | 0.024 | 0.024 | 0.024 |  |
| 2 | 0.020 | 0.015 | 0.018 | 0.010 | 0.017 | 0.013 |  |
| 3 | 0.0305 | 0.0295 | 0.0169 | 0.0219 | 0.0134 | 0.0110 | 0.0112 |
| 4 | 0.0642 | 0.0332 | 0.0276 | 0.0141 | 0.022 | 0.0271 | 0.0185 |
| 5 | 0.021 | 0.0153 | 0.0163 | 0.0161 | 0.0175 | 0.02 | 0.0188 |

表A.1 精密度试验原始数据 (续)

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 测定元素 | 实验室 | n (单位：µg/g) | | | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| P | 1 | 0.002 | 0.002 | 0.001 | 0.002 | 0.002 | 0.001 |  |
| 2 | 0.004 | 0.001 | 0.003 | 0.003 | 0.006 | 0.004 |  |
| 3 | 0.0072 | 0.0106 | 0.0076 | 0.0061 | 0.0108 | 0.0065 | 0.0039 |
| 4 | 0.0087 | 0.007 | 0.0034 | 0.0045 | 0.0037 | 0.0053 | 0.0046 |
| 5 | 0.0033 | 0.0033 | 0.0021 | 0.0023 | 0.0035 | 0.0024 | 0.0029 |
| S | 1 | 1.182 | 1.181 | 1.121 | 1.106 | 1.075 | 1.076 |  |
| 2 | 1.612 | 1.105 | 1.178 | 1.197 | 1.142 | 1.426 |  |
| 3 | 0.9476 | 0.8396 | 1.046 | 0.9846 | 0.8644 | 0.8715 | 0.9124 |
| 4 | 0.9476 | 0.8396 | 1.046 | 0.9846 | 0.8644 | 0.8715 | 0.9124 |
| 5 | 1.005 | 0.958 | 0.924 | 0.895 | 0.83 | 0.872 | 0.841 |
| Cl | 1 | 0.264 | 0.238 | 0.256 | 0.282 | 0.308 | 0.261 |  |
| 2 | 0.016 | 0.006 | 0.008 | 0.008 | 0.018 | 0.012 |  |
| 3 | 0.1571 | 0.1127 | 0.0938 | 0.0774 | 0.0504 | 0.0454 | 0.0445 |
| 4 | 0.0819 | 0.0865 | 0.1229 | 0.1067 | 0.1161 | 0.0991 | 0.1087 |
| 5 | 0.351 | 0.487 | 0.619 | 0.881 | 0.883 | 1.055 | 1.152 |
| K | 1 | 0.005 | 0.008 | 0.006 | 0.004 | 0.009 | 0.005 |  |
| 2 | 0.002 | 0.004 | 0.005 | 0.004 | 0.008 | 0.010 |  |
| 3 | 0.0190 | 0.0130 | 0.0145 | 0.0111 | 0.0109 | 0.0129 | 0.0127 |
| 4 | 0.1725 | 0.138 | 0.1071 | 0.276 | 0.1173 | 0.0565 | 0.0012 |
| 5 | 0.0393 | 0.0428 | 0.0575 | 0.058 | 0.0459 | 0.0282 | 0.0191 |
| Ca | 1 | 0.004 | 0.007 | 0.005 | 0.005 | 0.002 | 0.003 |  |
| 2 | 0.008 | 0.002 | 0.009 | 0.000 | 0.010 | 0.002 |  |
| 3 | 0.0009 | 0.0000 | 0.0010 | 0.0020 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 |
| 4 | 0.0094 | 0.0068 | 0.0102 | 0.0093 | 0.0085 | 0.0097 | 0.0061 |
| 5 | <0.005 | <0.005 | <0.005 | <0.005 | <0.005 | <0.005 | <0.005 |
| Sc | 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.001 |  |
| 2 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 |  |
| 3 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 |
| 4 | 0.0013 | 0.0003 | 0.0004 | 0.0002 | 0 | 0 | 0 |
| 5 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 |
| Ti | 1 | 0.006 | 0.009 | 0.002 | 0.005 | 0.005 | 0.004 |  |
| 2 | 0.004 | 0.003 | 0.001 | 0.001 | 0.004 | 0.002 |  |
| 3 | 0.0456 | 0.0365 | 0.0563 | 0.0197 | 0.0144 | 0.0100 | 0.0093 |
| 4 | 0.002 | 0.004 | 0.005 | 0.0062 | 0.0066 | 0.0057 | 0.0041 |
| 5 | 0.0027 | 0.0021 | 0.0027 | 0.0029 | 0.0024 | 0.0031 | 0.0026 |
| V | 1 | 0.003 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.003 | 0.005 |  |
| 2 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.001 | 0.000 |  |
| 3 | 0.0015 | 0.0023 | 0.0008 | 0.0006 | 0.0008 | 0.0003 | 0.0005 |
| 4 | 0.0031 | 0.001 | 0.0013 | 0.0007 | 0.0006 | 0.0005 | 0 |
| 5 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 |

表A.1 精密度试验原始数据 (续)

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 测定元素 | 实验室 | n (单位：µg/g) | | | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Cr | 1 | 0.001 | 0.008 | 0.004 | 0.002 | 0.001 | 0.005 |  |
| 2 | 0.004 | 0.007 | 0.001 | 0.002 | 0.010 | 0.004 |  |
| 3 | 0.0035 | 0.0063 | 0.0031 | 0.0039 | 0.0023 | 0.0039 | 0.0036 |
| 4 | 0.004 | 0.0029 | 0.0047 | 0.0019 | 0 | 0 | 0.0005 |
| 5 | 0.0012 | 0.001 | 0.0009 | 0.0017 | 0.0022 | 0.0021 | 0.0012 |
| Mn | 1 | 0.007 | 0.004 | 0.004 | 0.001 | 0.005 | 0.004 |  |
| 2 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.001 | 0.000 |  |
| 3 | 0.0034 | 0.0022 | 0.0017 | 0.0011 | 0.0010 | 0.0003 | 0.0006 |
| 4 | 0.0081 | 0.0064 | 0.003 | 0.0028 | 0.0006 | 0.0005 | 0 |
| 5 | <0.001 | <0.001 | <0.001 | <0.001 | <0.001 | <0.001 | <0.001 |
| Fe | 1 | 0.021 | 0.019 | 0.013 | 0.016 | 0.016 | 0.022 |  |
| 2 | 0.036 | 0.053 | 0.038 | 0.031 | 0.045 | 0.043 |  |
| 3 | 0.4475 | 0.3112 | 0.1923 | 0.1222 | 0.1210 | 0.0793 | 0.0620 |
| 4 | 0.0265 | 0.0432 | 0.0525 | 0.0171 | 0.0678 | 0.0438 | 0.0204 |
| 5 | 0.0185 | 0.0151 | 0.0129 | 0.0126 | 0.0152 | 0.0144 | 0.0131 |
| Co | 1 | 0.002 | 0.002 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 |  |
| 2 | 0.002 | 0.006 | 0.000 | 0.000 | 0.004 | 0.001 |  |
| 3 | 0.0016 | 0.0014 | 0.0014 | 0.0012 | 0.0010 | 0.5432 | 0.0025 |
| 4 | 0.001 | 0.0025 | 0.0022 | 0.0003 | 0.003 | 0.0022 | 0.0016 |
| 5 | <0.5 | <0.5 | <0.5 | <0.5 | <0.5 | <0.5 | <0.5 |
| Ni | 1 | 0.025 | 0.017 | 0.026 | 0.027 | 0.027 | 0.019 |  |
| 2 | 0.018 | 0.027 | 0.017 | 0.018 | 0.025 | 0.021 |  |
| 3 | 0.0388 | 0.0372 | 0.0370 | 0.0198 | 0.0171 | 0.0199 | 0.0147 |
| 4 | 0.0186 | 0.0383 | 0.026 | 0.0292 | 0.0185 | 0.0281 | 0.0091 |
| 5 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 |
| Cu | 1 | 0.199 | 0.168 | 0.188 | 0.216 | 0.205 | 0.172 |  |
| 2 | 0.222 | 0.182 | 0.139 | 0.175 | 0.205 | 0.137 |  |
| 3 | 0.0692 | 0.0621 | 0.0634 | 0.0784 | 0.0760 | 0.0777 | 0.0705 |
| 4 | 0.1386 | 0.2095 | 0.2395 | 0.2159 | 0.1992 | 0.1889 | 0.1838 |
| 5 | 0.789 | 0.566 | 0.501 | 0.437 | 0.369 | 0.28 | 0.262 |
| Zn | 1 | 0.017 | 0.024 | 0.021 | 0.019 | 0.024 | 0.015 |  |
| 2 | 0.004 | 0.000 | 0.001 | 0.003 | 0.002 | 0.004 |  |
| 3 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 |
| 4 | 0.0073 | 0.0183 | 0.0247 | 0.008 | 0 | 0 | 0 |
| 5 | <0.005 | <0.005 | <0.005 | <0.005 | <0.005 | <0.005 | <0.005 |
| Ga | 1 | 0 | 0 | 0.001 | 0 | 0 | 0 |  |
| 2 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.002 | 0.000 |  |
| 3 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 |
| 4 | 0 | 0.0006 | 0.0012 | 0.0012 | 0.0016 | 0.0037 | 0.0023 |
| 5 | <0.001 | <0.001 | <0.001 | <0.001 | <0.001 | <0.001 | <0.001 |

表A.1 精密度试验原始数据 (续)

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 测定元素 | 实验室 | n (单位：µg/g) | | | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Ge | 1 | 0 | 0 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0 |  |
| 2 | 0.007 | 0.005 | 0.010 | 0.014 | 0.007 | 0.014 |  |
| 3 | 0.0335 | 0.0802 | 0.0122 | 0.0046 | 0.0340 | 0.0385 | 0.0389 |
| 4 | 0.012 | 0.0085 | 0.0202 | 0.0017 | 0.0107 | 0.0104 | 0.007 |
| 5 | 0.0357 | 0.0286 | 0.0364 | 0.0353 | 0.0286 | 0.0318 | 0.0196 |
| As | 1 | 0.041 | 0.029 | 0.025 | 0.033 | 0.038 | 0.034 |  |
| 2 | 0.041 | 0.045 | 0.048 | 0.059 | 0.058 | 0.067 |  |
| 3 | 0.0525 | 0.0516 | 0.0318 | 0.0525 | 0.0555 | 0.0443 | 0.0367 |
| 4 | 0.0899 | 0.0524 | 0.0714 | 0.0467 | 0.0099 | 0 | 0.0197 |
| 5 | 0.036 | 0.0323 | 0.0284 | 0.0281 | 0.0308 | 0.0275 | 0.0276 |
| Se | 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |  |
| 2 | 0.000 | 0.009 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.005 |  |
| 3 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 |
| 4 | 0.1758 | 0.2226 | 0.1493 | 0.1764 | 0.1643 | 0.2281 | 0.19 |
| 5 | 3.354 | 2.86 | 2.458 | 2.423 | 2.299 | 2.117 | 2.102 |
| Br | 1 | 0.015 | 0.017 | 0.012 | 0.012 | 0.012 | 0.01 |  |
| 2 | 0.000 | 0.001 | 0.001 | 0.000 | 0.000 | 0.001 |  |
| 3 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 |
| 4 | 0.0694 | 0.0604 | 0.0166 | 0.0517 | 0.0707 | 0.0513 | 0.0601 |
| 5 | 2.008 | 2.055 | 1.847 | 1.932 | 1.993 | 1.99 | 1.97 |
| Rb | 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |  |
| 2 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 |  |
| 3 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 |
| 4 | 0.0012 | 0.0013 | 0.0013 | 0.0021 | 0.002 | 0.0009 | 0.003 |
| 5 | <0.0003 | <0.0003 | <0.0003 | <0.0003 | <0.0003 | <0.0003 | <0.0003 |
| Sr | 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |  |
| 2 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 |  |
| 3 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 |
| 4 | 0.0001 | 0 | 0.0002 | 0 | 0 | 0.0001 | 0 |
| 5 | <0.0002 | <0.0002 | <0.0002 | <0.0002 | <0.0002 | <0.0002 | <0.0002 |
| Y | 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |  |
| 2 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 |  |
| 3 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 |
| 4 | 0.0001 | 0.0001 | 0 | 0 | 0.0002 | 0.0007 | 0.0003 |
| 5 | <0.001 | <0.001 | <0.001 | <0.001 | <0.001 | <0.001 | <0.001 |
| Zr | 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |  |
| 2 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 |  |
| 3 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 |
| 4 | 0.0002 | 0.0003 | 0.0002 | 0.0003 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0013 |
| 5 | <0.0003 | <0.0003 | <0.0003 | <0.0003 | <0.0003 | <0.0003 | <0.0003 |
| Nb | 1 | 0.001 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |  |
| 2 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 |  |
| 3 | 0.0017 | 0.0021 | 0.0014 | 0.0011 | 0.0011 | 0.0017 | 0.0012 |
| 4 | 0.0011 | 0.0004 | 0.0005 | 0 | 0.0001 | 0 | 0.0004 |
| 5 | <0.0003 | <0.0003 | <0.0003 | <0.0003 | <0.0003 | <0.0003 | <0.0003 |

表A.1 精密度试验原始数据 (续)

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 测定元素 | 实验室 | n (单位：µg/g) | | | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Mo | 1 | 0.033 | 0.026 | 0.028 | 0.027 | 0.023 | 0.028 |  |
| 2 | 0.018 | 0.020 | 0.021 | 0.020 | 0.024 | 0.014 |  |
| 3 | 0.9982 | 0.9123 | 0.5180 | 0.2904 | 0.2030 | 0.1759 | 0.1495 |
| 4 | 0.0068 | 0.0148 | 0.0159 | 0.0129 | 0.0496 | 0.0331 | 0 |
| 5 | <0.003 | <0.003 | <0.003 | <0.003 | <0.003 | <0.003 | <0.003 |
| Ru | 1 | 0 | 0 | 0.001 | 0 | 0 | 0 |  |
| 2 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.001 | 0.000 |  |
| 3 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 |
| 4 | 0 | 0.0012 | 0 | 0 | 0.0044 | 0.0035 | 0 |
| 5 | 0.0278 | 0.0265 | 0.0264 | 0.0261 | 0.0286 | 0.0294 | 0.0282 |
| Rh | 1 | 0.001 | 0.001 | 0 | 0.001 | 0.001 | 0 |  |
| 2 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 |  |
| 3 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 |
| 4 | 0.0009 | 0.0002 | 0.0004 | 0.0006 | 0.0005 | 0.001 | 0 |
| 5 | 0.019 | 0.0162 | 0.0148 | 0.0158 | 0.0136 | 0.0145 | 0.0138 |
| Pd | 1 | 0.012 | 0.019 | 0.016 | 0.019 | 0.021 | 0.019 |  |
| 2 | 0.000 | 0.001 | 0.002 | 0.001 | 0.000 | 0.000 |  |
| 3 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 |
| 4 | 0.0026 | 0.003 | 0.005 | 0.0012 | 0.0061 | 0.005 | 0.0026 |
| 5 | 0.0291 | 0.0242 | 0.0258 | 0.0208 | 0.0175 | 0.0153 | 0.013 |
| Ag | 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |  |
| 2 | 0.000 | 0.001 | 0.000 | 0.001 | 0.000 | 0.000 |  |
| 3 | 0.0000 | 0.0089 | 0.0091 | 0.0019 | 0.0000 | 0.0081 | 0.0042 |
| 4 | 0.0013 | 0.005 | 0.0062 | 0.005 | 0.0036 | 0.0018 | 0.0023 |
| 5 | 0.0053 | 0.0061 | 0.0062 | 0.0054 | 0.0038 | 0.0041 | 0.0041 |
| Cd | 1 | 0.016 | 0.016 | 0.017 | 0.019 | 0.019 | 0.018 |  |
| 2 | 0.008 | 0.002 | 0.008 | 0.003 | 0.000 | 0.007 |  |
| 3 | 0.0000 | 0.0198 | 0.0154 | 0.0053 | 0.0217 | 0.0056 | 0.0292 |
| 4 | 0.0469 | 0.0325 | 0.0414 | 0.0464 | 0.0105 | 0.0435 | 0.0467 |
| 5 | <0.020 | <0.020 | <0.020 | <0.020 | <0.020 | <0.020 | <0.020 |
| Sn | 1 | 1000000 | 1000000 | 1000000 | 1000000 | 1000000 | 1000000 |  |
| 2 | 1000000 | 1000000 | 1000000 | 1000000 | 1000000 | 1000000 |  |
| 3 | 1000000 | 1000000 | 1000000 | 1000000 | 1000000 | 1000000 | 1000000 |
| 4 | 1040869.2 | 1057431 | 1056039 | 1040061.8 | 1041461.307 | 1043538.232 | 1042443.633 |
| 5 | 1000000 | 1000000 | 1000000 | 1000000 | 1000000 | 1000000 | 1000000 |
| Nd | 1 | 0.005 | 0.003 | 0.004 | 0.005 | 0.005 | 0.002 |  |
| 2 | 0.007 | 0.007 | 0.001 | 0.000 | 0.006 | 0.005 |  |
| 3 | 0.0100 | 0.0091 | 0.0141 | 0.0158 | 0.0101 | 0.0103 | 0.0082 |
| 4 | 0.0317 | 0.0315 | 0.0552 | 0.0232 | 0.0404 | 0.0444 | 0.0381 |
| 5 | <0.001 | <0.001 | <0.001 | <0.001 | <0.001 | <0.001 | <0.001 |

表A.1 精密度试验原始数据 (续)

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 测定元素 | 实验室 | n (单位：µg/g) | | | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Sm | 1 | 0.002 | 0.004 | 0.001 | 0.003 | 0.002 | 0.002 |  |
| 2 | 0.001 | 0.000 | 0.000 | 0.001 | 0.002 | 0.000 |  |
| 3 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 |
| 4 | 0.0013 | 0 | 0.0022 | 0.0004 | 0.0005 | 0.0012 | 0.0026 |
| 5 | <0.001 | <0.001 | <0.001 | <0.001 | <0.001 | <0.001 | <0.001 |
| Eu | 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |  |
| 2 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 |  |
| 3 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 |
| 4 | 0.0036 | 0.0011 | 0.0011 | 0.0003 | 0.0009 | 0 | 0.004 |
| 5 | <0.0005 | <0.0005 | <0.0005 | <0.0005 | <0.0005 | <0.0005 | <0.0005 |
| Gd | 1 | 0.001 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |  |
| 2 | 0.000 | 0.000 | 0.001 | 0.000 | 0.000 | 0.000 |  |
| 3 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 |
| 4 | 0.0007 | 0.0022 | 0.0056 | 0.0063 | 0.0035 | 0.0012 | 0.0013 |
| 5 | <0.005 | <0.005 | <0.005 | <0.005 | <0.005 | <0.005 | <0.005 |
| Tb | 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |  |
| 2 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 |  |
| 3 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 |
| 4 | 0.0001 | 0.0004 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0002 | 0.0014 | 0.0008 |
| 5 | <0.0005 | <0.0005 | <0.0005 | <0.0005 | <0.0005 | <0.0005 | <0.0005 |
| Dy | 1 | 0 | 0.001 | 0 | 0.001 | 0 | 0 |  |
| 2 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 |  |
| 3 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 |
| 4 | 0.0015 | 0 | 0 | 0.0034 | 0.0006 | 0.0023 | 0.0009 |
| 5 | <0.002 | <0.002 | <0.002 | <0.002 | <0.002 | <0.002 | <0.002 |
| Ho | 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |  |
| 2 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 |  |
| 3 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 |
| 4 | 0.0001 | 0.0001 | 0 | 0.0001 | 0 | 0 | 0.0002 |
| 5 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 |
| Er | 1 | 0.002 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |  |
| 2 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 |  |
| 3 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 |
| 4 | 0 | 0.0006 | 0 | 0.0006 | 0.0007 | 0.0019 | 0.0011 |
| 5 | <0.0005 | <0.0005 | <0.0005 | <0.0005 | <0.0005 | <0.0005 | <0.0005 |
| Tm | 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |  |
| 2 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 |  |
| 3 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 |
| 4 | 0 | 0.0002 | 0 | 0 | 0.0003 | 0.0004 | 0.0005 |
| 5 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 |

表A.1 精密度试验原始数据 (续)

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 测定元素 | 实验室 | n (单位：µg/g) | | | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Yb | 1 | 0.001 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |  |
| 2 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 |  |
| 3 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 |
| 4 | 0.0019 | 0.001 | 0.0009 | 0 | 0 | 0.0031 | 0.002 |
| 5 | <0.0005 | <0.0005 | <0.0005 | <0.0005 | <0.0005 | <0.0005 | <0.0005 |
| Lu | 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.001 |  |
| 2 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 |  |
| 3 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 |
| 4 | 0.0003 | 0 | 0.0002 | 0.0004 | 0.0001 | 0.0002 | 0.001 |
| 5 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 |
| Hf | 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |  |
| 2 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 |  |
| 3 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 |
| 4 | 0.0014 | 0.0023 | 0.0018 | 0 | 0.0006 | 0.002 | 0.0009 |
| 5 | <0.0005 | <0.0005 | <0.0005 | <0.0005 | <0.0005 | <0.0005 | <0.0005 |
| Ta | 1 | 0.017 | 0.018 | 0.019 | 0.014 | 0.011 | 0.018 |  |
| 2 | 0.002 | 0.004 | 0.001 | 0.001 | 0.006 | 0.003 |  |
| 3 | 0.0963 | 0.0485 | 0.0219 | 0.0085 | 0.0055 | 0.0031 | 0.0029 |
| 4 | 0.0002 | 0.0004 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0003 | 0 | 0.0018 |
| 5 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 |
| W | 1 | 0.002 | 0.003 | 0.003 | 0.004 | 0.004 | 0.002 |  |
| 2 | 0.010 | 0.005 | 0.001 | 0.000 | 0.010 | 0.003 |  |
| 3 | 0.0217 | 0.0281 | 0.0121 | 0.0125 | 0.0156 | 0.0067 | 0.0110 |
| 4 | 0 | 0.0032 | 0.0016 | 0 | 0.0021 | 0 | 0.0029 |
| 5 | 0.0104 | 0.008 | 0.0021 | 0.0047 | 0.0071 | 0.0088 | 0.0064 |
| Re | 1 | 0.002 | 0.002 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0 |  |
| 2 | 0.000 | 0.001 | 0.001 | 0.000 | 0.002 | 0.000 |  |
| 3 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 |
| 4 | 0.0008 | 0 | 0.0012 | 0 | 0 | 0.0006 | 0 |
| 5 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 |
| Os | 1 | 0.001 | 0.002 | 0 | 0 | 0.001 | 0.001 |  |
| 2 | 0.000 | 0.001 | 0.001 | 0.000 | 0.002 | 0.000 |  |
| 3 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 |
| 4 | 0 | 0.0036 | 0.0054 | 0 | 0 | 0.0029 | 0.0097 |
| 5 | <0.001 | <0.001 | <0.001 | <0.001 | <0.001 | <0.001 | <0.001 |

表A.1 精密度试验原始数据 (续)

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 测定元素 | 实验室 | n (单位：µg/g) | | | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Ir | 1 | 0 | 0.001 | 0 | 0.002 | 0 | 0 |  |
| 2 | 0.000 | 0.001 | 0.001 | 0.000 | 0.002 | 0.000 |  |
| 3 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 |
| 4 | 0.0039 | 0.001 | 0.0028 | 0 | 0 | 0.0015 | 0.0036 |
| 5 | 0.0126 | 0.0129 | 0.016 | 0.0172 | 0.0125 | 0.0144 | 0.0123 |
| Pt | 1 | 0 | 0 | 0.001 | 0.001 | 0 | 0 |  |
| 2 | 0.000 | 0.001 | 0.000 | 0.002 | 0.000 | 0.000 |  |
| 3 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 |
| 4 | 0 | 0.002 | 0 | 0 | 0.0049 | 0 | 0 |
| 5 | 0.0409 | 0.0399 | 0.0361 | 0.0362 | 0.0354 | 0.0291 | 0.034 |
| Au | 1 | 0.005 | 0.005 | 0.004 | 0.003 | 0.003 | 0.003 |  |
| 2 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.001 | 0.000 | 0.000 |  |
| 3 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 |
| 4 | 0 | 0.0004 | 0 | 0 | 0.0004 | 0.0011 | 0 |
| 5 | 0.0295 | 0.0373 | 0.0349 | 0.0352 | 0.0406 | 0.0444 | 0.0513 |
| Hg | 1 | 0 | 0 | 0.002 | 0.001 | 0 | 0 |  |
| 2 | 0.001 | 0.004 | 0.000 | 0.000 | 0.004 | 0.000 |  |
| 3 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 |
| 4 | 0 | 0 | 0 | 0.0037 | 0 | 0 | 0.0069 |
| 5 | <0.005 | <0.005 | <0.005 | <0.005 | <0.005 | <0.005 | <0.005 |
| Tl | 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |  |
| 2 | 0.001 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 |  |
| 3 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 |
| 4 | 0 | 0.0018 | 0 | 0 | 0.0034 | 0 | 0 |
| 5 | <0.001 | <0.001 | <0.001 | <0.001 | <0.001 | <0.001 | <0.001 |
| Pb | 1 | 0.571 | 0.564 | 0.547 | 0.547 | 0.542 | 0.549 |  |
| 2 | 1.048 | 1.037 | 1.025 | 1.034 | 0.937 | 0.966 |  |
| 3 | 0.7891 | 0.8631 | 0.8820 | 0.8550 | 0.9130 | 0.8597 | 0.8775 |
| 4 | 0.0004 | 0.0016 | 0 | 0.0004 | 0.0005 | 0 | 0.0007 |
| 5 | 0.67 | 0.634 | 0.627 | 0.615 | 0.621 | 0.609 | 0.606 |
| Bi | 1 | 0.003 | 0.003 | 0.002 | 0.002 | 0.001 | 0.003 |  |
| 2 | 0.006 | 0.005 | 0.003 | 0.004 | 0.004 | 0.002 |  |
| 3 | 0.0007 | 0.0033 | 0.0054 | 0.0028 | 0.0044 | 0.0015 | 0.0000 |
| 4 | 0.0009 | 0.0005 | 0.0027 | 0.0005 | 0 | 0.0007 | 0 |
| 5 | 0.0019 | 0.0019 | 0.0022 | 0.003 | 0.0014 | 0.0017 | 0.0033 |
| Th | 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |  |
| 2 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 |  |
| 3 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 |
| 4 | 0.0006 | 0.0001 | 0 | 0.0001 | 0.0002 | 0.0004 | 0 |
| 5 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 |
| U | 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |  |
| 2 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 | 0.000 |  |
| 3 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 |
| 4 | 0 | 0 | 0.0005 | 0.0003 | 0.0002 | 0.0005 | 0.0006 |
| 5 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 | <0.0001 |