国家标准《金属锗化学分析方法 第3部分：痕量杂质元素

的测定 辉光放电质谱法》编制说明（送审稿）

一、工作简况

1、项目的必要性简述

锗是稀散金属，稀散金属一般包括7种金属：硒、碲、铟、镓、锗、铊、铼，其中除铊还未发现有较大应用外，其余6种元素已成为当代社会的基础元素，稀散金属具有极为重要的用途，是传统材料更是当代高科技新材料的重要组成部分。红外锗单晶材料、含锗光纤、半导体锗片等材料广泛用于当代通讯技术、电子计算机、宇航开发、感光材料、光电材料、能源材料等。锗是国家具有战略意义的战略物资，对发展和巩固国防建设不可或缺。稀散金属的生产、开发和应用及储备对国家具有重要意义。

锗是一种非常重要的稀有分散金属，在地壳中的含量仅为4×10-4%，主要赋存于有色金属矿、煤矿中，除了非常少的锗石矿外，几乎没有单独的锗矿。提取锗的原料主要有各种金属冶炼过程中的富集物、含锗煤燃烧产物和锗加工的废料。

锗为一种稀散金属，由于本身具有亲石、亲硫、亲铁、亲有机的化学性质，很难独立成矿，一般以分散状态分布于其他元素组成的矿物中，成为多种金属矿床的伴生组分。据美国地质调查局统计，全球已探明的锗保有储量为8600t，分布较集中，主要分布摘美国和中国，其中美国为3870t，中国为3500t。中国的锗资源主要分布在云南和内蒙古，云南省的锗资源主要分布在铅锌矿和含锗褐煤中。

目前全球领先的金属锗行业企业是比利时的优美科公司及中国的广东先导稀材股份有限公司，全球产量较大的企业还有中国的中科技和云南锗业、鑫圆锗业等公司，加拿大的Teck Cominco、俄罗斯的Fuse和GEAPP、德国的Photonic Sense、美国的AXT。随着我国的经济不断发展，我国已是全球有色金属冶炼和加工要国家，在不久的将来，我国必将成为全球最主要的锗金属的生产加工国家，掌握和发展这一有战略作用的稀奇资源是非常有意义的。所以需要在锗原料资源方面鼓励支持我们国家从国外获得相关资源，制定相关标准也是顺应这种要求的。本标准旨在建立高纯铪的辉光放电质谱分析方法。

2、适用范围

本标准规定了金属锗中痕量杂质元素含量的测定方法。本标准适用于金属锗中痕量杂质元素含量的测定。元素测定范围为：1µg/kg～2000µg/kg。

3、任务来源

根据国标委发[2020]37号的文件精神，国家标准《金属锗化学分析方法 第3部分：痕量杂质元素的测定 辉光放电质谱法》的制定工作由广东先导稀材股份有限公司负责起草，项目计划编号为20202882-T-469，计划完成年限2021年。

4、起草单位情况

广东先导稀材股份有限公司是一家专业从事稀有金属及其高端材料研发、生产、销售和回收服务的材料技术企业。公司是国家认定的高新技术企业，拥有国家稀散金属工程技术研究中心，国家认定企业技术中心，博士后科研工作站，并设有独立的先进材料研究院。先导公司以全球市场和科技发展为导向，产品广泛应用于太阳能光伏、LED、红外、电子通讯、航空航天、医药医疗、玻璃、陶瓷等行业。先导公司是全球最大的硒、碲产品生产商，同时也是铟、镓、锗等稀有材料行业的世界领导者。硒化锌红外光学材料、大直径锗单晶片、太阳能级碲化镉、高纯四氯化锗等填补了国内空白。先导公司是全国拥有最先进的检测设备公司之一，有GD-MS\ICP-MS\ICP-OES\GC等众多高精尖检测设备，可以满足先导公司作为粗原料提纯到高纯高端材料的全面检测要求。

在体系建设方面，公司先后通过ISO9001质量管理体系认证、FAMI-QS欧洲饲料添加剂和预混合饲料质量体系认证、国际kosher认证(犹太认证)、HACCP食物安全保证体系的认证管理、ISO14001环境管理体系认证、OHSAS18001职业健康安全管理体系认证、ISO22000饲料添加剂食物链安全管理体系认证，以及ISO 17025实验室认可体系认证。

公司有充足的技术能力和标准起草工作经验，先后主导和参与起草国家标准及行业标准101项标准。

5、主要工作过程

5.1 2018年12月全国半导体材料标准化技术委员会在昆明召开标准工作项目会议，广东先导稀材股份有限公司在会上提交了制定《金属锗化学分析方法 第3部分：痕量杂质元素的测定 辉光放电质谱法》的项目申请，经过会议充分讨论，同意提交国家标准管理委员会。经过国家标准化管理委员会的研究讨论及公示，项目在2020年1月获得立项。

5.2 2020年9月在昆明召开第一次工作会议，会上对《金属锗化学分析方法 第3部分：痕量杂质元素的测定 辉光放电质谱法》（征求意见稿）进行了讨论。主要有以下几个方面的意见：

a、将1范围第二段中，本文件适用于金属锗中痕量杂质元素含量的测定修改为“本文件适用于金属锗中痕量杂质元素含量的辉光放电质谱法的测定”。

b、将1范围第二段中，元素测定范围为：1µg/kg~4000µg/kg修改为“元素测定范围见表1，元素的测定范围以表格的形式体现”。

c、删除原理3中的“有标准样品时，首先在相同测定条件下对标准样品进行独立测定获得相对灵敏度因子，然后用该相对灵敏度因子计算出各元素的质量分数；无标准样品时，”

d、在 5 试剂和材料中蒸馏水或去离子水或相当纯度的水修改为“电阻率不低于18.2MΏ的纯水”。

e、5.2 氢氟酸+硝酸 “修改为5.2 硝酸，5.3 氢氟酸， 5.4 混合酸 硝酸：氢氟酸=9:1”。

f、5.3仪器背景监控样品，被测元素质量分数低于被测试样的10倍以上修改为“仪器监控样品，被测元素质量分数符合测定范围”。

g、 仪器和设备 表1修改为附录，完善分辨率模式和同位数质量数，同时增加仪器放电参数

h、6.3 的内容移到第7部分，同时试料待分析面应平坦光滑修改为“试料待分析面应平整”。

i、8.2 测定仪器背景监控样品（5.3），观察被测元素的仪器背景情况修改为“测定仪器监控样品，确认仪器状态”

j、8.3 测定中同一溅射点连续采集的三个测量数据的精密度满足表2所允许的相对偏差的要求时修改为“增加一个表格，提供实验室内部测定允许的相对标准偏差”。

5.3 在征求意见稿工作会议的基础上，编制组完成《金属锗化学分析方法 第3部分：痕量杂质元素含量的测定 辉光放电质谱法》（预审稿）。

5.4 2021年9月24在芜湖市召开半导体材料标准工作会议，会上对《金属锗化学分析方法 第3部分：痕量杂质元素的测定 辉光放电质谱法》（预审稿）进行了讨论，主要有以下方面的意见和建议：

1. 将1范围第二段中，元素测定范围为：1µg/kg~2000µg/kg修改为“元素测定范围见表1，每个元素的测定范围以表格的形式体现(同时合成5N、6N的样品进行测定，确定各个元素的范围)”。
2. 在 5 试剂和材料 “电阻率不低于18.2MΏ的纯水，实验所用的试剂均为UP级”修改为“电阻率不低于18.2 MΩ·cm的纯水，实验所用的试剂均为MOS级”。
3. 5.2混合酸：硝酸、氢氟酸体积比为9：1 “修改为5.2硝酸：质量分数为71%。5.3氢氟酸：质量分数为49%。 5.4混合酸：硝酸、氢氟酸体积比为9：1”。
4. 5.3仪器监控样品，被测元素质量分数符合测定范围。修改为“背景空白样品：高纯锗样品（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。”
5. 增加“5.6仪器检测器校正样品：高纯钽（WTa≥99.99%）”
6. 删除“6.1高质量分辨率辉光放电质谱仪，中分辨率模式下分辨率可达3000～4000，高分辨率模式下分辨率可达9000～10000”。
7. 修改表1同位素质量数及测定范围。
8. 将8.1样品预处理细化为“将加工好的样品用混合酸（5.4）常温腐蚀3min～5min，然后依次用纯水冲洗3-5次，最后用无水乙醇（5.1）清洗一遍，取出后用氮气（5.8）吹干或在洁净台中晾干，待用。”
9. 增加8.2 仪器检测器校正 每次换放电池后，用仪器检测器校正样品(5.6)校正仪器检测器工作效率，使ICE处于0.7～0.9之间。
10. 分析结果的计算 RSF（X/Ge） ——在特定辉光放电条件下测定Ge中X杂质的校正系数，即“典型相对灵敏度因子”修改为“RSF（X/Ge）——待测元素的相对灵敏度因子；”
11. WGe——锗的质量分数定义为1.00×109μg/Kg修改为“wGe——Ge元素的质量分数定义为1.00×106，单位为毫克每千克（mg/kg）”
12. 允许差修改为“10 精密度”，表2、表3中的允许相对偏差要按元素列出来，为此需要制备含有梯度杂质范围的样品，杂质元素以高纯二氧化锗的杂质要求为依据。梯度样品的制备方法:准备6.5N以上的锗粉样品，先将相应的杂质加入锗粉样品中，混匀，制成杂质含量1ppm～2ppm左右范围的样品，然后再依次制成0.1ppm～0.2ppm、0.01ppm～0.02ppm的样品。

5.5 预审会上的最主要的建议和意见是制备梯度样品并检测得到精密度数据，完成此样品的关键是要有6.5N以上的锗粉样品及混匀小样品的方法和设备

针对预审会提出的意见，起草单位准备了相应的磨制设备和样品，制备了锗粉样品，然后用辉光放电质谱质谱仪检测，发现锗粉中有铁、铝、硅、钙、锰、锌等元素均较高超过1ppm以上。多次制备样品，也不能解决问题。尤其是金属锗中最需要控制的杂质铁元素一直为3ppm以上。无法得到相应的梯度样品。

参与验证单位云南临沧鑫圆锗业股份有限公司也寄来锗粉样品，经过检测，样品中铁、铝、硅、钙、锌等需要验证的元素也较高，尤其是铁、锌等元素既不均匀结果也很高，铁含量超过7ppm、锌含量为2ppm。也无法得到相应的梯度样品。

辉光放电质谱仪检测高纯物质中杂质元素含量对于检测需求来说是半定量的检测要求，检测的要求范围也基本上是小于1×10-6%的检测要求，对于极大部分的检测要求来说是有没有和低于多少的需求问题，2ppb和5ppb在检测需求上没有太大差别，所以在已制定的相应的辉光放电质谱法国行标标准中，均以低含量的检测范围的允许差来做要求，没有做各个梯度范围的精密度要求，因为在辉光放电质谱法的工作实际中，极少有大于0.1ppm的高纯级超高纯检测需求。所以，本标准的制定参照一般的要求，以允许差做规定要求，不以有梯度范围的精密度做要求。

二、标准编制原则

本标准标准的起草过程中遵循以下原则

1）规范性：本标准是根据GB/T 1.1-2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写规则》和GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的要求进行编写的；

2）先进性：本方法为首次制定，73种杂质元素全扫，且具有很低的检出限；

3）适用性：本标准能够反映当前国内锗生产行业的技术水平，实用性强，能够满足生产和使用企业的需求，特别是高端应用方面的需求。

三、标准主要内容的确定依据

1、标准的名称确认

本标准是《区熔锗》和《锗单晶和单晶片》的分析方法配套标准，目前暂无金属锗相关的GD-MS的化学分析方法及相关方法讨论和报告，与此相关的标准有GBT37211.1-2018《金属锗化学分析方法 砷斑法》、GBT37211.2-2018《金属锗化学分析方法 第二部分 铝、铁、铜、镍、铅、钙、镁、钴、铟、锌含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》等。该系列标准基本不适用5.5N以上的金属锗的痕量杂质分析检测。而辉光放电质谱在微痕量分析方面具有检出限低，多元素全扫等优点，经与相关单位专家讨论，决定采用辉光放电质谱法对金属锗的痕量杂质元素进行测定，标准题目与现有的金属锗的检测方法国家标准的对应检测对象名称一致，确定为《金属锗化学分析方法 第3部分：痕量杂质元素含量的测定 辉光放电质谱法》。

2、检测项目的确认

GB T 5238-2019《锗单晶和单晶片》及GBT11071-2018《区熔锗锭》产品标准均未对相关痕量元素化学成分做要求，但对电阻率做了相关规定，而电阻率就是与杂质元素的含量高低紧密相连的。所以在很多的锗金属的应用方面对具体的杂质元素做了明确的要求。而辉光放电质谱仪在痕量元素方面具有具有检出限低，多元素全扫等优点。当需方对产品的化学成分有特殊要求时，还需要根据供需方进行商定。涉及到的杂质元素含量要求多为<0.0001%、<0.0005%或者未检出。为了使建立的方法应用范围更广，结合辉光放电质谱仪的检测特点，标准拟对金属锗中的73种元素进行全扫。

3、方法的测定范围

结合金属锗产品要求的需要，及辉光放电质谱的测定能力，其余元素的测定范围为1µg/kg~2000µg/kg。

4、样品前处理

4.1 用机械加工设备将样品制备成所需要的几何形状（块状或棒状），试料待分析面应平坦光滑。试料尺寸符合要求，能放入辉光放电离子源内并且能够稳定地进行辉光放电。

4.2 将加工好的样品用依次用混合酸（氢氟酸+硝酸）、去离子水、无水乙醇清洗干净，吹干或晾干后，装入辉光放电质谱仪。

5、 仪器工作参数的确定依据

因为全球辉光放电质谱仪也就是固定的几个型号，这几家仪器厂家不同，型号不同，所需的仪器参数不尽相同，但是在测试前必须通过调节满足灵敏度和分辨率的要求。但基本上的金属锗辉光放电质谱方法的共性要求是：中分辨率模式下分辨率可达3000～4000，高分辨率模式下分辨率可达9000～10000。测定时要求Ge同位素的谱峰强度不小于1×109cps，峰形符合分辨率要求。

6、 样品预溅射

样品尽管经过了酸腐蚀，但样品在装样等操作步骤中仍会带来Na、Mg、Si、Ca等元素污染，需要经过一定时间的预溅射，样品表面的污染才可以得到去除，本实验选择2 mA/1300V的参数预溅射10 min～20 min

7、 元素同位素及分辨率的确定依据

对于同位素的选择，优先选择丰度大且干扰小的同位素。在金属锗的测定中，主要有基体的双电荷干扰，如70Ge++对35Cl的干扰，分辨率需要大于5000才可以分开，40Ar70Ge++对55Mn的干扰，分辨率需要达到10000以上才可以分开，40Ar72Ge++对56Fe和40Ar76Ge++对58Ni的干扰，分开干扰峰的分辨率也需要达到8000以上，因此可以选择丰度较小、受干扰较小或不受干扰的同位素，如54Fe和60Ni。由于多原子离子干扰如40Ar74Ge、40Ar72Ge、40Ar70Ge对114Cd、112Cd、110Cd的干扰较大，可选择丰度较小的111Cd,而1H74Ge对75As的干扰，分开的分辨率需要达到10000以上。

综上，本元素测定元素种类及选择的同位素质量数见表1。

表1 元素种类及同位素质量数

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 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 | Cu | 63 | Sn | 119 | Yb | 174 |
| Be | 9 | Zn | 64 | Sb | 121 | Lu | 175 |
| B | 11 | Ga | 69 | I | 127 | Hf | 178 |
| Na | 23 | As | 75 | Te | 130 | Ta | 181 |
| Mg | 24 | Br | 79 | Cs | 133 | W | 184 |
| Al | 27 | Se | 82 | Ba | 138 | Re | 187 |
| Si | 28 | Rb | 85 | La | 139 | Os | 192 |
| P | 31 | Sr | 88 | Ce | 140 | Ir | 193 |
| Cl | 35 | Y | 89 | Pr | 141 | Pt | 194 |
| K | 39 | Zr | 90 | Nd | 142 | Au | 197 |
| Ca | 44 | Nb | 93 | Sm | 152 | Hg | 202 |
| Ti | 49 | Mo | 94 | Eu | 153 | Tl | 205 |
| V | 51 | Ru | 102 | Gd | 158 | Pb | 208 |
| Cr | 52 | Rh | 103 | Tb | 159 | Bi | 209 |
| Mn | 55 | Pd | 105 | Dy | 164 | Th | 232 |
| Fe | 54 | Ag | 107 | Ho | 165 | U | 238 |
| Co | 59 | Cd | 111 | Er | 166 |  |  |
| Ni | 60 | In | 115 | Tm | 169 |  |  |

8.试验验证及精密度情况

8、1 因为除硅及干扰元素砷以外，其他所有元素的检测数据均 <0.05，所以在精密度统计上没有对其他元素进行统计。

8.2 硅的检测数据的精密度统计见下表10：

表10 各验证单位硅精密度统计

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 峨眉半导体 | 云南驰宏锗业 | 国标（北京）检验认证有限公司 | 先导公司 | 安徽光智 | 平均值 | SD | RSD/% |
| GeHP20-1 | 1.6 | 2.0 | 2.06 | 1.85 | 1.73 | 1.845 | 0.169 | 9.2 |
| GeHP20-2 | 1.2 | 1.3 | 1.22 | 0.869 | 0.783 | 1.07 | 0.232 | 22 |
| GeHP20-3 | 0.23 | 0.63 | 0.331 | 0.217 | 0.237 | 0.329 | 0.174 | 53 |

从以上精密度统计来看，符合要求。

8.2 因为辉光放电质谱仪分析方法的特点，不对《金属锗化学分析方法 第3部分：痕量杂质元素的测定 辉光放电质谱法》的检测重现性及再现性做规定，根据该仪器检测方法及历史检测数据和相关验证单位的检测报告，根据辉光放电质谱法测定痕量元素的一般规定及要求，在标准文本中对允许相对标准偏差做规定，实验室内和实验室之间分析结果的相对偏差规定要求见下表11和表12

表11 实验室之间允许相对偏差

|  |  |
| --- | --- |
| 元素含量范围*w/*(µg/kg) | 允许相对偏差/% |
| ≥1～10 | 200 |
| ≥10～50 | 150 |
| ≥50～200 | 100 |
| ≥200～1000 | 50 |
| ≥1000～2000 | 20 |

表12 实验室之间允许相对偏差

|  |  |
| --- | --- |
| 元素含量范围*w/*(µg/kg) | 允许相对偏差/% |
| ≥1～10 | 300 |
| ≥10～50 | 200 |
| ≥50～200 | 150 |
| ≥200～1000 | 50 |
| ≥1000～2000 | 25 |

四、主要试验（或验证）情况的分析及报告

试验验证报告见附件。

五、标准水平分析

随着社会的发展和技术进步，随着锗的高端应用的拓展，提供辉光放电质谱仪测定的金属锗的杂质检测报告成为应用端的日常需求，本标准的制定适用了之一日益增长的贸易需求。该方法具有多元素同时测定、测定范围广、检出限低等特点，能够满足金属锗杂质检测的要求，符合我国现阶段的实际情况，达到国际先进水平。

六、与现行法律、法规、强制性国家标准及相关标准的关系

本标准属于区熔锗产品及锗单晶和单晶片产品的配套化学分析方法标准，本标准与现行法律、法规和相关标准相协调、无冲突。

七、专利及涉及知识产权

本文件起草过程中没有检索到专利和知识产权问题。

八、重大分歧意见的处理和依据

无。

九、标准作为强制性或推荐性国家（或行业）标准的建议

建议该标准为推荐性为国家标准。

十、贯彻标准的要求和措施建议

由于锗产品是国家战略新兴产业密切相关的新特高产量，是很多军用和民用的高技术产品的原料，所以本标准的制定具有现实指导意义，建议锗生产和应用的生产和使用单位积极组织本标准的学习与宣贯，可向企业、公司和科研院校（所）推荐本标准。

十一、废止现行有关标准的建议

本标准为新制定标准，不涉及其它标准的废止。

十二、其它应予说明的事项

无。

十三、推广应用的预期效果

本标准是包括区熔锗、锗单晶及锗单晶片的痕量杂质元素含量的分析方法标准，对我国锗产业的生产、贸易具有较强的指导作用，弥补了技术锗分析方法的空白，对于促进我国金属锗产品的生产、贸易具有重要意义。

附件：

**国家标准 《金属锗化学分析方法 第3部分：痕量杂质元素含量的测定 辉光放电质谱法》**

**试验报告**

1、 、试验目的

根据《金属锗化学分析方法第3部分：痕量杂质元素含量的测定 辉光放电质谱法》的标准标准编制因为，标准起草单位广东先导稀材股份有限公司和参与验证单位国标（北京）检验认证有限公司、驰宏锗业股份有限公司、峨眉半导体材料有限公司、安徽光智科技有限公司根据标准的试验要求，对广东先导稀材股份有限公司提供的样品进行试验，在此基础上考察标准准确性及精密度情况。

2、试验样品

因为金属锗在完成区熔后金属杂质含量就已达到了高纯级别，所以在进行精密度试验时也不能选择较好的梯度试验样品，在查询了很多的检测样品后，得到3个硅含量呈现相关梯度并且硅含量稳定均匀的3个样品，该3个样品除硅以外其他72个杂质元素含量均及低，选取这3个不同硅含量范围的样品进行数据分析。每家验证单位的样品为一个较大块样品中切割出的3份独立样品。

3、各家验证单位情况介绍

4、各验证单位的验证数据

4.1 广东先导稀材股份有限公司的验证数据数据分别见表1～表3。

表1 1#Ge样品测定结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 测定值/(mg/kg) | | | | | | | 平均值 /(mg/kg) | SD | RSD/% |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |  |  |
| Li | 0.0003 | 0.0002 | 0.0005 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | <0.001 |  |  |
| Be | 0.001 | 0.0008 | 0.0007 | 0.0009 | 0.0006 | 0.0006 | 0.0006 | <0.001 |  |  |
| B | 0.0002 | 0.0002 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0006 | 0.0005 | <0.001 |  |  |
| F | 0.0022 | 0.0021 | 0.0017 | 0.0018 | 0.0017 | 0.0016 | 0.0018 | <0.005 |  |  |
| Na | 0.0007 | 0.0001 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0004 | 0.0001 | 0.0003 | <0.001 |  |  |
| Mg | 0.0006 | 0.0003 | 0.0001 | 0.0002 | 0.0001 | 0.0002 | 0.0001 | <0.001 |  |  |
| Al | 0.0022 | 0.0019 | 0.0022 | 0.0024 | 0.0021 | 0.0015 | 0.0047 | <0.005 |  |  |
| Si | 1.90 | 1.87 | 1.84 | 1.86 | 1.80 | 1.82 | 1.85 | 1.85 | 0.032 | 1.74 |
| P | 0.0008 | 0.0006 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0005 | 0.0002 | 0.0002 | <0.001 |  |  |
| S | 0.0009 | 0.0008 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0001 | 0.0003 | 0.0002 | <0.001 |  |  |
| Cl | 0.2754 | 0.3483 | 0.1464 | 0.0317 | 0.0193 | 0.1458 | 0.1179 | <0.2 |  |  |
| K | 0.0174 | 0.0286 | 0.0464 | 0.0402 | 0.039 | 0.0329 | 0.0354 | <0.05 |  |  |
| Ca | 0.0044 | 0.0058 | 0.0015 | 0.0018 | 0.0028 | 0.0029 | 0.0034 | <0.005 |  |  |
| Sc | 0.0001 | 0 | 0 | 0 | 0.0001 | 0 | 0 | <0.001 |  |  |
| Ti | 0.0009 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | <0.001 |  |  |
| V | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.0001 | 0 | <0.001 |  |  |
| Cr | 0.0004 | 0.002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0003 | 0.0002 | 0.0004 | <0.005 |  |  |
| Fe | 0.0403 | 0.0369 | 0.0351 | 0.0358 | 0.0388 | 0.0369 | 0.0386 | <0.05 |  |  |
| Mn | 0.0077 | 0.0044 | 0.0094 | 0.011 | 0.0109 | 0.0113 | 0.0115 | <0.05 |  |  |
| Co | 0.0002 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | <0.001 |  |  |
| Ni | 0.0002 | 0.0002 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | <0.001 |  |  |
| Cu | 0.0008 | 0.0002 | 0.0006 | 0.0006 | 0.0005 | 0.0006 | 0.0007 | <0.001 |  |  |
| Zn | 0.0016 | 0.0009 | 0.0007 | 0.0009 | 0.0011 | 0.0009 | 0.0007 | <0.005 |  |  |
| Ga | 0.0054 | 0.0052 | 0.0057 | 0.0041 | 0.0034 | 0.0055 | 0.0064 | <0.01 |  |  |
| As | 0.5332 | 0.4689 | 0.1077 | 0.0825 | 0.0669 | 0.0643 | 0.0641 | <0.2 |  |  |
| Br | 0.0036 | 0.0031 | 0.0016 | 0.0019 | 0.0018 | 0.0019 | 0.0021 | <0.005 |  |  |
| Se | 0.034 | 0.0234 | 0.0158 | 0.0167 | 0.0158 | 0.0155 | 0.0133 | <0.05 |  |  |
| Rb | 0.0043 | 0.0021 | 0.0011 | 0.0009 | 0.0009 | 0.0011 | 0.001 | <0.005 |  |  |
| Sr | 0.0027 | 0.0011 | 0.0008 | 0.0008 | 0.0005 | 0.0006 | 0.0006 | <0.005 |  |  |
| Y | 0.0027 | 0.001 | 0.0006 | 0.0004 | 0.0005 | 0.0004 | 0.0008 | <0.001 |  |  |
| Zr | 0.0063 | 0.0064 | 0.0037 | 0.003 | 0.0036 | 0.0028 | 0.0026 | <0.005 |  |  |
| Nb | 0.0003 | 0.0003 | 0.0002 | 0.0001 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0001 | <0.001 |  |  |
| Mo | 0.0046 | 0.0026 | 0.0025 | 0.0031 | 0.0021 | 0.0029 | 0.0019 | <0.005 |  |  |
| Ru | 0.004 | 0.0028 | 0.0029 | 0.0023 | 0.0024 | 0.0016 | 0.0028 | <0.005 |  |  |
| Rh | 0.0003 | 0.0005 | 0.0003 | 0.0008 | 0.0005 | 0.0005 | 0.0005 | <0.001 |  |  |
| Pd | 0.0019 | 0.0017 | 0.0019 | 0.0017 | 0.0018 | 0.003 | 0.0021 | <0.005 |  |  |
| Ag | 0.0006 | 0.0009 | 0.0018 | 0.0017 | 0.0007 | 0.0014 | 0.0013 | <0.005 |  |  |
| Cd | 0.0254 | 0.0152 | 0.024 | 0.0226 | 0.0231 | 0.0213 | 0.0266 | <0.05 |  |  |
| In | 0.0065 | 0.0024 | 0.0021 | 0.0027 | 0.0027 | 0.0024 | 0.0026 | <0.005 |  |  |
| Sn | 0.0009 | 0.0023 | 0.001 | 0.0026 | 0.0021 | 0.0018 | 0.0011 | <0.005 |  |  |
| Sb | 0.0002 | 0.0003 | 0.0002 | 0.0005 | 0.0006 | 0.0009 | 0.0003 | <0.001 |  |  |
| Te | 0.0014 | 0.0029 | 0.0008 | 0.0008 | 0.0008 | 0.0024 | 0.003 | <0.005 |  |  |
| I | 0.0002 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0003 | 0.0001 | 0.0003 | <0.001 |  |  |
| Cs | 0.0002 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | <0.001 |  |  |
| Ba | 0.0007 | 0.0002 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0002 | 0.0002 | <0.001 |  |  |
| La | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0002 | 0.0001 | 0.0002 | <0.001 |  |  |
| Ce | 0.0006 | 0.0003 | 0.0004 | 0.0004 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0002 | <0.001 |  |  |
| Pr | 0.0005 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | <0.001 |  |  |
| Nd | 0.0018 | 0.0016 | 0.0016 | 0.001 | 0.0013 | 0.0011 | 0.0014 | <0.005 |  |  |
| Sm | 0.0004 | 0.0003 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0009 | 0.0007 | <0.001 |  |  |
| Eu | 0.0002 | 0.0002 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | <0.001 |  |  |
| Gd | 0.0004 | 0.0003 | 0.0002 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | <0.001 |  |  |
| Tb | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | <0.001 |  |  |
| Dy | 0.0004 | 0.0003 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | <0.001 |  |  |
| Ho | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | <0.001 |  |  |
| Er | 0.0004 | 0.0003 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | <0.001 |  |  |
| Tm | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | <0.001 |  |  |
| Yb | 0.0005 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | <0.001 |  |  |
| Lu | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | <0.001 |  |  |
| Hf | 0.0004 | 0.0003 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | <0.001 |  |  |
| Ta | 0.1965 | 0.0948 | 0.0849 | 0.1012 | 0.1068 | 0.1048 | 0.1045 | <0.2 |  |  |
| W | 0.0004 | 0.0003 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | <0.001 |  |  |
| Re | 0.0003 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | <0.001 |  |  |
| Os | 0.0004 | 0.0003 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | <0.001 |  |  |
| Ir | 0.0003 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | <0.001 |  |  |
| Pt | 0.0008 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0005 | 0.0005 | 0.0002 | 0.0005 | <0.001 |  |  |
| Au | 0.0193 | 0.0152 | 0.0135 | 0.0106 | 0.0136 | 0.0099 | 0.0116 | <0.02 |  |  |
| Hg | 0.0006 | 0.0005 | 0.0004 | 0.0004 | 0.0004 | 0.0011 | 0.0004 | <0.001 |  |  |
| Tl | 0.0005 | 0.0004 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | <0.001 |  |  |
| Pb | 0.0003 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | <0.001 |  |  |
| Bi | 0.0003 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | <0.001 |  |  |
| Th | 0.0001 | 0.0002 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | <0.001 |  |  |
| U | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | <0.001 |  |  |

表2 2#Ge样品测定结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 测定值/(mg/kg) | | | | | | | 平均值 | SD | RSD/% |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | /(mg/kg) |
| Li | 0.0002 | 0.0004 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0004 | <0.001 |  |  |
| Be | 0.0002 | 0.0002 | 0.0004 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0005 | 0.0002 | <0.001 |  |  |
| B | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0004 | 0.0005 | <0.001 |  |  |
| F | 0.0017 | 0.0012 | 0.001 | 0.0009 | 0.001 | 0.0014 | 0.0013 | <0.005 |  |  |
| Na | 0.0002 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0003 | 0.0003 | <0.001 |  |  |
| Mg | 0.0002 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0 | 0.0001 | 0.0001 | <0.001 |  |  |
| Al | 0.0039 | 0.003 | 0.0028 | 0.0031 | 0.0031 | 0.0024 | 0.0036 | <0.005 |  |  |
| Si | 0.868 | 0.842 | 0.863 | 0.885 | 0.884 | 0.888 | 0.856 | 0.869 | 0.0172 | 1.98 |
| P | 0.0006 | 0.0005 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0003 | 0.0004 | 0.0001 | <0.001 |  |  |
| S | 0.001 | 0.0002 | 0.0001 | 0 | 0.0001 | 0.0005 | 0.0004 | <0.001 |  |  |
| Cl | 0.146 | 0.101 | 0.083 | 0.2 | 0.107 | 0.185 | 0.052 | <0.2 |  |  |
| K | 0.03 | 0.028 | 0.042 | 0.038 | 0.035 | 0.026 | 0.026 | <0.05 |  |  |
| Ca | 0.0006 | 0.0008 | 0.0004 | 0.0018 | 0.0006 | 0.0005 | 0.0014 | <0.005 |  |  |
| Sc | 0.0002 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | <0.001 |  |  |
| Ti | 0.0002 | 0.0001 | 0 | 0.0001 | 0 | 0 | 0.0001 | <0.001 |  |  |
| V | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0 | 0.0001 | 0.0001 | <0.001 |  |  |
| Cr | 0.0004 | 0 | 0.0004 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | <0.005 |  |  |
| Fe | 0.0358 | 0.0371 | 0.0384 | 0.037 | 0.0369 | 0.0338 | 0.0379 | <0.05 |  |  |
| Mn | 0.004 | 0.0047 | 0.0065 | 0.0063 | 0.0061 | 0.0045 | 0.0043 | <0.05 |  |  |
| Co | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | <0.001 |  |  |
| Ni | 0.0004 | 0.0001 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | <0.001 |  |  |
| Cu | 0.0001 | 0.0001 | 0.0002 | 0.0001 | 0.0002 | 0.0001 | 0.0001 | <0.001 |  |  |
| Zn | 0.0006 | 0.0004 | 0.0005 | 0.0005 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0003 | <0.001 |  |  |
| Ga | 0.0049 | 0.0031 | 0.0062 | 0.0033 | 0.0044 | 0.0058 | 0.004 | <0.01 |  |  |
| As | 0.0924 | 0.0748 | 0.0656 | 0.0659 | 0.0604 | 0.0533 | 0.0494 | <0.2 |  |  |
| Br | 0.0027 | 0.0027 | 0.0018 | 0.0015 | 0.0018 | 0.0015 | 0.0017 | <0.005 |  |  |
| Se | 0.0184 | 0.0148 | 0.0106 | 0.0115 | 0.0128 | 0.011 | 0.0123 | <0.05 |  |  |
| Rb | 0.0013 | 0.001 | 0.0008 | 0.0008 | 0.0009 | 0.0008 | 0.0009 | <0.005 |  |  |
| Sr | 0.0012 | 0.001 | 0.0005 | 0.0005 | 0.0005 | 0.0005 | 0.0006 | <0.005 |  |  |
| Y | 0.0002 | 0.0001 | 0.0003 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0001 | 0.0002 | <0.001 |  |  |
| Zr | 0.0017 | 0.0014 | 0.0012 | 0.0012 | 0.0012 | 0.001 | 0.0013 | <0.005 |  |  |
| Nb | 0.0002 | 0.0001 | 0.0001 | 0 | 0.0001 | 0.0001 | 0 | <0.001 |  |  |
| Mo | 0.002 | 0.0026 | 0.0017 | 0.0016 | 0.0015 | 0.0025 | 0.0025 | <0.005 |  |  |
| Ru | 0.0025 | 0.0019 | 0.0019 | 0.0016 | 0.0004 | 0.0009 | 0.0011 | <0.005 |  |  |
| Rh | 0.0005 | 0.0003 | 0.0005 | 0.0004 | 0.0003 | 0.0005 | 0.0002 | <0.001 |  |  |
| Pd | 0.0034 | 0.0025 | 0.0032 | 0.0024 | 0.0033 | 0.0029 | 0.0042 | <0.005 |  |  |
| Ag | 0.001 | 0.0021 | 0.002 | 0.004 | 0.0009 | 0.0017 | 0.0027 | <0.005 |  |  |
| Cd | 0.0126 | 0.011 | 0.0123 | 0.0098 | 0.0117 | 0.0128 | 0.0142 | <0.05 |  |  |
| In | 0.001 | 0.0013 | 0.0009 | 0.0006 | 0.0006 | 0.001 | 0.0005 | <0.005 |  |  |
| Sn | 0.0014 | 0.0008 | 0.0005 | 0.0007 | 0.0009 | 0.0008 | 0.0012 | <0.005 |  |  |
| Sb | 0.0004 | 0.0007 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0004 | 0.0008 | 0.0004 | <0.001 |  |  |
| Te | 0.0011 | 0.0006 | 0.0003 | 0.0005 | 0.0006 | 0.0007 | 0.0007 | <0.005 |  |  |
| I | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | <0.001 |  |  |
| Cs | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | <0.001 |  |  |
| Ba | 0.0004 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | <0.001 |  |  |
| La | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | <0.001 |  |  |
| Ce | 0.0002 | 0.0004 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0003 | 0.0003 | <0.001 |  |  |
| Pr | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | <0.001 |  |  |
| Nd | 0.0003 | 0.0001 | 0.0002 | 0.0004 | 0.0005 | 0.0006 | 0.0002 | <0.005 |  |  |
| Sm | 0.0002 | 0.0008 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0005 | 0.0006 | 0.0002 | <0.001 |  |  |
| Eu | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0003 | 0.0001 | <0.001 |  |  |
| Gd | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | <0.001 |  |  |
| Tb | 0.0002 | 0.0001 | 0 | 0 | 0 | 0.0001 | 0.0001 | <0.001 |  |  |
| Dy | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | <0.001 |  |  |
| Ho | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | <0.001 |  |  |
| Er | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | <0.001 |  |  |
| Tm | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | <0.001 |  |  |
| Yb | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | <0.001 |  |  |
| Lu | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | <0.001 |  |  |
| Hf | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0005 | 0.0002 | 0.0002 | <0.001 |  |  |
| Ta | 0.1128 | 0.1121 | 0.1038 | 0.0887 | 0.0913 | 0.0972 | 0.0986 | <0.2 |  |  |
| W | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | <0.001 |  |  |
| Re | 0.0002 | 0.0002 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0002 | 0.0002 | <0.001 |  |  |
| Os | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | <0.001 |  |  |
| Ir | 0.0001 | 0.0002 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | <0.001 |  |  |
| Pt | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0005 | 0.0001 | 0.0005 | 0.0001 | <0.001 |  |  |
| Au | 0.0041 | 0.0037 | 0.0036 | 0.0032 | 0.0039 | 0.0037 | 0.0036 | <0.02 |  |  |
| Hg | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0014 | <0.001 |  |  |
| Tl | 0.0003 | 0.0003 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0003 | 0.0003 | <0.001 |  |  |
| Pb | 0.0002 | 0.0002 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0002 | 0.0002 | <0.001 |  |  |
| Bi | 0.0002 | 0.0005 | 0.0004 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0002 | 0.0002 | <0.001 |  |  |
| Th | 0.0001 | 0.0001 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | <0.001 |  |  |
| U | 0.0001 | 0.0001 | 0 | 0 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | <0.001 |  |  |

表3 3#Ge样品测定结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 测定值/(mg/kg) | | | | | | | 平均值 | SD | RSD/% |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | /(mg/kg) |
| Li | 0.0002 | 0.0006 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0007 | 0.0007 | 0.0003 | <0.001 |  |  |
| Be | 0.0002 | 0.0002 | 0.0007 | 0.0008 | 0.0008 | 0.0008 | 0.0003 | <0.001 |  |  |
| B | 0.0002 | 0.0004 | 0.0005 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0005 | 0.0002 | <0.001 |  |  |
| F | 0.3515 | 0.0065 | 0.0054 | 0.004 | 0.0031 | 0.0032 | 0.0035 | <0.005 |  |  |
| Na | 0.0013 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0004 | 0.0002 | <0.001 |  |  |
| Mg | 0.0011 | 0.0002 | 0.0003 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | <0.001 |  |  |
| Al | 0.0057 | 0.0035 | 0.003 | 0.0035 | 0.0038 | 0.0032 | 0.004 | <0.005 |  |  |
| Si | 0.251 | 0.222 | 0.212 | 0.212 | 0.204 | 0.195 | 0.221 | 0.217 | 0.018 | 8.29 |
| P | 0.0004 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0007 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | <0.001 |  |  |
| S | 0.0037 | 0.0008 | 0.0007 | 0.0006 | 0.0006 | 0.0002 | 0.0008 | <0.001 |  |  |
| Cl | 0.4641 | 0.1529 | 0.1364 | 0.1105 | 0.0375 | 0.1379 | 0.1364 | <0.2 |  |  |
| K | 0.0413 | 0.0183 | 0.0172 | 0.0165 | 0.0139 | 0.0168 | 0.0147 | <0.05 |  |  |
| Ca | 0.0083 | 0.0034 | 0.0021 | 0.0033 | 0.001 | 0.0018 | 0.0022 | <0.005 |  |  |
| Sc | 0 | 0.0001 | 0.0002 | 0.0002 | 0 | 0 | 0.0001 | <0.001 |  |  |
| Ti | 0.0028 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | <0.001 |  |  |
| V | 0.0002 | 0.0002 | 0.0003 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0001 | 0.0001 | <0.001 |  |  |
| Cr | 0.0007 | 0.0004 | 0.0009 | 0.0011 | 0.0008 | 0.0006 | 0.0007 | <0.005 |  |  |
| Fe | 0.043 | 0.0353 | 0.0299 | 0.0328 | 0.0316 | 0.0342 | 0.0331 | <0.05 |  |  |
| Mn | 0.0057 | 0.0076 | 0.0072 | 0.008 | 0.007 | 0.007 | 0.0081 | <0.05 |  |  |
| Co | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0002 | <0.001 |  |  |
| Ni | 0.0001 | 0.0005 | 0.0005 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | <0.001 |  |  |
| Cu | 0.0006 | 0.0005 | 0 | 0.0002 | 0.0003 | 0.0002 | 0.0003 | <0.001 |  |  |
| Zn | 0.0002 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0004 | 0.0001 | 0.0004 | 0.0005 | <0.001 |  |  |
| Ga | 0.0024 | 0.0015 | 0.0011 | 0.0007 | 0.0018 | 0.0013 | 0.0012 | <0.01 |  |  |
| As | 0.5271 | 0.1355 | 0.0798 | 0.057 | 0.054 | 0.0424 | 0.0377 | <0.2 |  |  |
| Br | 0.0022 | 0.0022 | 0.0018 | 0.0017 | 0.0015 | 0.0015 | 0.0016 | <0.005 |  |  |
| Se | 0.1743 | 0.0382 | 0.0254 | 0.0179 | 0.0237 | 0.0145 | 0.012 | <0.05 |  |  |
| Rb | 0.0019 | 0.0013 | 0.0007 | 0.0013 | 0.001 | 0.0009 | 0.0006 | <0.005 |  |  |
| Sr | 0.014 | 0.0028 | 0.0009 | 0.0012 | 0.0006 | 0.0007 | 0.0004 | <0.005 |  |  |
| Y | 0.0016 | 0.0005 | 0.0002 | 0.0003 | 0.0002 | 0.0004 | 0.0003 | <0.001 |  |  |
| Zr | 0.0281 | 0.0058 | 0.0019 | 0.0017 | 0.0016 | 0.0013 | 0.001 | <0.005 |  |  |
| Nb | 0.0032 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0003 | 0.0002 | 0.0004 | 0.0002 | <0.001 |  |  |
| Mo | 0.0031 | 0.005 | 0.0028 | 0.0027 | 0.0048 | 0.0029 | 0.0027 | <0.005 |  |  |
| Ru | 0.0016 | 0.0013 | 0.001 | 0.0006 | 0.0006 | 0.0003 | 0.001 | <0.005 |  |  |
| Rh | 0.0002 | 0.0003 | 0.0001 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0003 | 0.0003 | <0.001 |  |  |
| Pd | 0.0018 | 0.0016 | 0.0017 | 0.0003 | 0.0008 | 0.0007 | 0.0016 | <0.005 |  |  |
| Ag | 0.0014 | 0.0013 | 0.0011 | 0.0006 | 0.0025 | 0.002 | 0.001 | <0.005 |  |  |
| Cd | 0.0211 | 0.0021 | 0.0034 | 0.0046 | 0.0059 | 0.0049 | 0.0042 | <0.05 |  |  |
| In | 0.002 | 0.001 | 0.0002 | 0.0007 | 0.0017 | 0.0005 | 0.0005 | <0.005 |  |  |
| Sn | 0.0014 | 0.0009 | 0.0022 | 0.0007 | 0.0014 | 0.0018 | 0.0011 | <0.005 |  |  |
| Sb | 0 | 0.0001 | 0.0002 | 0.0004 | 0.0002 | 0 | 0.0007 | <0.001 |  |  |
| Te | 0.0025 | 0.0026 | 0.0041 | 0.0045 | 0.0011 | 0.0011 | 0.0034 | <0.005 |  |  |
| I | 0.0001 | 0.0003 | 0.0001 | 0.0003 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0004 | <0.001 |  |  |
| Cs | 0.0003 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | <0.001 |  |  |
| Ba | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | <0.001 |  |  |
| La | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0002 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | <0.001 |  |  |
| Ce | 0.0005 | 0.0004 | 0.0003 | 0.0004 | 0.0005 | 0.0003 | 0.0003 | <0.001 |  |  |
| Pr | 0.0002 | 0.0001 | 0.0003 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | <0.001 |  |  |
| Nd | 0.0022 | 0.0021 | 0.0014 | 0.0013 | 0.0019 | 0.0017 | 0.0018 | <0.005 |  |  |
| Sm | 0.0003 | 0.0003 | 0.0008 | 0.0003 | 0.0003 | 0.001 | 0.0004 | <0.001 |  |  |
| Eu | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0005 | 0.0002 | 0.0002 | <0.001 |  |  |
| Gd | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0004 | 0.0004 | <0.001 |  |  |
| Tb | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | <0.001 |  |  |
| Dy | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0004 | <0.001 |  |  |
| Ho | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | <0.001 |  |  |
| Er | 0.0002 | 0.0006 | 0.0002 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | <0.001 |  |  |
| Tm | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0003 | 0.0001 | <0.001 |  |  |
| Yb | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0004 | 0.0004 | 0.0011 | 0.0004 | <0.001 |  |  |
| Lu | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | <0.001 |  |  |
| Hf | 0.0002 | 0.0002 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | <0.001 |  |  |
| Ta | 0.0736 | 0.0722 | 0.0826 | 0.0716 | 0.0717 | 0.0649 | 0.068 | <0.2 |  |  |
| W | 0.0002 | 0.0002 | 0.0003 | 0.0002 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | <0.001 |  |  |
| Re | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0003 | 0.0003 | <0.001 |  |  |
| Os | 0.0007 | 0.0002 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | <0.001 |  |  |
| Ir | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0003 | <0.001 |  |  |
| Pt | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0007 | <0.001 |  |  |
| Au | 0.0169 | 0.0045 | 0.0051 | 0.003 | 0.0038 | 0.0019 | 0.0017 | <0.02 |  |  |
| Hg | 0.0004 | 0.0004 | 0.0004 | 0.0005 | 0.0005 | 0.0014 | 0.0005 | <0.001 |  |  |
| Tl | 0.0003 | 0.0004 | 0.0004 | 0.0004 | 0.0004 | 0.0004 | 0.0005 | <0.001 |  |  |
| Pb | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0003 | 0.0003 | <0.001 |  |  |
| Bi | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | <0.001 |  |  |
| Th | 0.0002 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | <0.001 |  |  |
| U | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0003 | 0.0001 | <0.001 |  |  |

4.2 国标（北京）检验认证有限公司的验证数据见表4～表6

表4 1#锗样品

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 测试值/mg/kg | | | | | | | 平均值/mg/kg | SD | RSD/% |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Li7 | 0 | 0 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | ＜0.001 | 0.000 | / |
| Be9 | 0 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0 | 0 | 0.001 | ＜0.001 | 0.001 | / |
| B11 | 0.001 | 0 | 0.001 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.000 | / |
| F19 | 0.002 | 0.002 | 0.002 | 0 | 0.001 | 0.001 | 0 | ＜0.005 | 0.001 | / |
| Na23 | 0.009 | 0.002 | 0.019 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.005 | 0.007 | / |
| Mg24 | 0.018 | 0.007 | 0.004 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.005 | 0.007 | / |
| Al27 | 0.174 | 0.008 | 0.013 | 0 | 0.001 | 0 | 0 | 0.028 | 0.065 | 230.6 |
| Si28 | 1.844 | 2.086 | 2.247 | 2.077 | 2.076 | 2.016 | 2.088 | 2.06 | 0.119 | 5.8 |
| P31 | 0.003 | 0.003 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | ＜0.005 | 0.001 | / |
| S32 | 0.009 | 0.002 | 0.013 | 0 | 0 | 0 | 0.001 | ＜0.005 | 0.005 | / |
| Cl35 | 0.161 | 0.194 | 0.131 | 0.197 | 0.191 | 0.187 | 0.185 | ＜0.2 | 7.707 | / |
| K39 | 0.024 | 0.014 | 0.039 | 0.043 | 0.028 | 0.027 | 0.022 | ＜0.05 | 0.073 | / |
| Ca44 | 0.016 | 0.003 | 0.066 | 0.007 | 0 | 0.004 | 0 | 0.014 | 0.024 | 172.8 |
| Sc45 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.000 | / |
| Ti49 | 0.001 | 0.002 | 0 | 0.001 | 0.001 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.001 | / |
| V51 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.000 | / |
| Cr52 | 0.001 | 0.001 | 0 | 0.001 | 0.001 | 0 | 0.001 | ＜0.001 | 0.000 | / |
| Mn55 | 0.034 | 0.0362 | 0.0275 | 0.047 | 0.0476 | 0.0298 | 0.0262 | ＜0.05 | 0.020 | / |
| Fe54 | 0.063 | 0.035 | 0.028 | 0.019 | 0.041 | 0.039 | 0.025 | ＜0.05 | 0.014 | / |
| Ni60 | 0.001 | 0.01 | 0.007 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.005 | 0.004 | / |
| Co59 | 0 | 0 | 0.001 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.000 | / |
| Cu63 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0003 | 0.0004 | 0.0003 | 0.0003 | 0.001 | ＜0.001 | 0.005 | 9.0 |
| Zn64 | 0.001 | 0.013 | 0.014 | 0.001 | 0 | 0 | 0.002 | ＜0.005 | 0.006 | / |
| Ga69 | 0.005 | 0.005 | 0.003 | 0.001 | 0.004 | 0.001 | 0.007 | ＜0.005 | 0.002 | / |
| As75 | 0.171 | 0.146 | 0.187 | 0.125 | 0.178 | 0.166 | 0.127 | ＜0.2 | 0.296 | / |
| Br79 | 0.065 | 0.026 | 0.015 | 0.013 | 0.007 | 0.006 | 0.007 | 0.020 | 0.021 | 106.2 |
| Se82 | 0.002 | 0.001 | 0.001 | 0.002 | 0.003 | 0.006 | 0.006 | ＜0.005 | 0.033 | / |
| Rb85 | 0.001 | 0.001 | 0.002 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | ＜0.005 | 0.000 | / |
| Sr88 | 0.002 | 0.003 | 0.001 | 0.005 | 0.004 | 0.004 | 0.003 | ＜0.005 | 0.007 | / |
| Y89 | 0.0002 | 0.002 | 0.001 | 0.001 | 0 | 0.002 | 0.001 | ＜0.001 | 0.001 | / |
| Zr90 | 0.006 | 0.006 | 0.002 | 0.004 | 0.004 | 0.003 | 0.004 | ＜0.005 | 0.006 | / |
| Nb93 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.001 | / |
| Mo96 | 0.003 | 0.003 | 0.003 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.009 | ＜0.005 | 0.017 | / |
| Ru102 | 0.009 | 0.007 | 0.009 | 0.008 | 0.009 | 0.009 | 0.007 | 0.008 | 0.001 | 11.5 |
| Rh103 | 0.003 | 0.003 | 0.003 | 0.002 | 0.004 | 0.002 | 0.002 | ＜0.005 | 0.001 | / |
| Pd105 | 0.003 | 0.005 | 0.006 | 0.007 | 0.007 | 0.004 | 0.004 | 0.005 | 0.002 | 30.6 |
| Ag107 | 0.004 | 0.004 | 0.004 | 0.002 | 0.003 | 0.001 | 0.003 | ＜0.005 | 0.001 | / |
| Cd111 | 0.502 | 0.467 | 0.487 | 0.217 | 0.135 | 0.189 | 0.13 | 0.30 | 0.173 | 56.8 |
| In115 | 0.027 | 0.018 | 0.009 | 0.014 | 0.111 | 0.022 | 0.024 | 0.032 | 0.035 | 109.8 |
| Sn119 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.000 | / |
| Sb121 | 0.001 | 0.002 | 0.006 | 0.002 | 0.006 | 0.002 | 0.002 | ＜0.005 | 0.002 | / |
| I127 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.000 | / |
| Te130 | 0.002 | 0.003 | 0.003 | 0.003 | 0.003 | 0.003 | 0.003 | ＜0.005 | 0.000 | / |
| Cs133 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.000 | / |
| Ba138 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.000 | / |
| La139 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0 | 0.001 | 0.001 | ＜0.001 | 0.000 | / |
| Ce140 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.000 | / |
| Pr141 | 0 | 0 | 0.001 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.000 | / |
| Nd142 | 0.001 | 0.003 | 0.003 | 0.001 | 0.001 | 0 | 0 | ＜0.005 | 0.001 | / |
| Sm152 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.000 | / |
| Eu153 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.000 | / |
| Gd158 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.000 | / |
| Tb159 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.000 | / |
| Dy164 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.000 | / |
| Ho165 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.000 | / |
| Er166 | 0 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | ＜0.001 | 0.000 | / |
| Tm169 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.000 | / |
| Yb174 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.002 | 0 | 0.001 | 0.002 | ＜0.005 | 0.001 | / |
| Lu175 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.000 | / |
| Hf178 | 0 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | ＜0.001 | 0.000 | / |
| Ta181 | 0.093 | 0.124 | 0.144 | 0.155 | 0.153 | 0.171 | 0.172 | 0.14 | 0.028 | 19.4 |
| W184 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.002 | 0.002 | ＜0.005 | 0.000 | / |
| Re187 | 0.001 | 0.005 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.002 | 0.001 | ＜0.005 | 0.001 | / |
| Os192 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.000 | / |
| Ir193 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.001 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.000 | / |
| Pt195 | 0.001 | 0 | 0 | 0 | 0.001 | 0.001 | 0 | ＜0.001 | 0.001 | / |
| Au197 | 0.09 | 0.101 | 0.13 | 0.103 | 0.114 | 0.125 | 0.133 | 0.11 | 0.016 | 14.4 |
| Hg202 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.000 | / |
| Tl205 | 0.004 | 0.002 | 0.006 | 0.002 | 0.002 | 0.002 | 0.002 | ＜0.005 | 0.002 | / |
| Pb208 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.000 | / |
| Bi209 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.000 | / |
| Th232 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.000 | / |
| U238 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.001 | ＜0.001 | 0.000 | / |

表5 2#锗样品

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 测试值/mg/kg | | | | | | | 平均值/mg/kg | SD | RSD/% |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Li7 | 0 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | ＜0.001 | 0.0004 | / |
| Be9 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | ＜0.005 | 0.0000 | / |
| B11 | 0.001 | 0.002 | 0.001 | 0 | 0 | 0.002 | 0.001 | ＜0.005 | 0.0008 | / |
| F19 | 0.017 | 0.007 | 0.009 | 0.004 | 0.001 | 0.001 | 0.009 | 0.007 | 0.0056 | 81.8 |
| Na23 | 0.539 | 0.268 | 0.16 | 0.093 | 0.053 | 0.033 | 0.181 | 0.19 | 0.1740 | 91.8 |
| Mg24 | 0.045 | 0.021 | 0.014 | 0.009 | 0.002 | 0.005 | 0.01 | 0.015 | 0.0145 | 96.0 |
| Al27 | 0.244 | 0.107 | 0.069 | 0.041 | 0.02 | 0.013 | 0.065 | 0.080 | 0.0791 | 99.1 |
| Si28 | 1.146 | 1.112 | 1.162 | 1.21 | 1.242 | 1.229 | 1.449 | 1.22 | 0.1108 | 9.1 |
| P31 | 0.005 | 0.006 | 0.004 | 0.004 | 0.005 | 0.002 | 0.002 | ＜0.005 | 0.0015 | / |
| S32 | 0.034 | 0.014 | 0.01 | 0.01 | 0.007 | 0.003 | 0.017 | 0.014 | 0.0101 | 74.3 |
| Cl35 | 0.182 | 0.183 | 0.163 | 0.162 | 0.138 | 0.187 | 0.159 | ＜0.2 | 9.2409 | / |
| K39 | 0.0211 | 0.038 | 0.032 | 0.047 | 0.038 | 0.023 | 0.052 | ＜0.05 | 0.0627 | / |
| Ca44 | 0.182 | 0.062 | 0.068 | 0.01 | 0.005 | 0.017 | 0.022 | 0.052 | 0.0624 | 119.3 |
| Sc45 | 0.031 | 0.02 | 0.003 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.002 | 0.008 | 0.0121 | 143.7 |
| Ti49 | 0.009 | 0.001 | 0.001 | 0 | 0.002 | 0.002 | 0 | ＜0.005 | 0.0031 | / |
| V51 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.0000 | / |
| Cr52 | 0.001 | 0.002 | 0.003 | 0.001 | 0.001 | 0.002 | 0.001 | ＜0.005 | 0.0008 | / |
| Mn55 | 0.051 | 0.052 | 0.056 | 0.016 | 0.01 | 0.057 | 0.016 | ＜0.05 | 0.0712 | / |
| Fe54 | 0.078 | 0.034 | 0.034 | 0.027 | 0.037 | 0.046 | 0.042 | ＜0.05 | 0.0168 | / |
| Ni60 | 0 | 0.002 | 0.001 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.0008 | / |
| Co59 | 0.007 | 0.002 | 0.002 | 0 | 0.001 | 0 | 0.001 | ＜0.005 | 0.0024 | / |
| Cu63 | 0.0008 | 0.0009 | 0.0008 | 0.0006 | 0.0002 | 0.0005 | 0.0004 | ＜0.001 | 0.0732 | / |
| Zn64 | 0.016 | 0.009 | 0.004 | 0.006 | 0 | 0.005 | 0 | 0.006 | 0.0056 | 97.3 |
| Ga69 | 0.007 | 0.004 | 0.005 | 0.003 | 0.003 | 0.006 | 0.005 | 0.005 | 0.0015 | 31.7 |
| Ge74 | 1000000 | 1000000 | 1000000 | 1000000 | 1000000 | 1000000 | 1000000 | ###### | 0.0000 | 0.0 |
| As75 | 0.111 | 0.177 | 0.137 | 0.183 | 0.185 | 0.111 | 0.112 | ＜0.2 | 0.1152 | / |
| Br79 | 0.014 | 0.008 | 0.009 | 0.022 | 0.017 | 0.013 | 0.016 | 0.014 | 0.0048 | 34.0 |
| Se82 | 0.032 | 0.013 | 0.035 | 0.043 | 0.0477 | 0.035 | 0.036 | ＜0.05 | 0.0613 | / |
| Rb85 | 0.004 | 0.003 | 0.001 | 0 | 0.002 | 0 | 0.001 | ＜0.005 | 0.0015 | / |
| Sr88 | 0.0018 | 0.0017 | 0.0012 | 0.002 | 0.006 | 0.0029 | 0.001 | ＜0.005 | 0.0948 | / |
| Y89 | 0.0007 | 0.0006 | 0.0003 | 0.0007 | 0.001 | 0.0007 | 0.0008 | ＜0.001 | 0.0169 | / |
| Zr90 | 0.008 | 0.002 | 0.002 | 0.005 | 0.007 | 0.001 | 0.001 | ＜0.005 | 0.1774 | / |
| Nb93 | 0.003 | 0.002 | 0.001 | 0.002 | 0.002 | 0.001 | 0.001 | ＜0.005 | 0.0008 | / |
| Mo96 | 0.003 | 0.003 | 0.003 | 0.005 | 0.002 | 0.003 | 0.003 | ＜0.005 | 0.0145 | / |
| Ru102 | 0.004 | 0.007 | 0.005 | 0.007 | 0.006 | 0.004 | 0.003 | 0.005 | 0.0016 | 30.6 |
| Rh103 | 0.003 | 0.002 | 0.003 | 0.002 | 0.004 | 0.003 | 0.004 | ＜0.005 | 0.0008 | / |
| Pd105 | 0.006 | 0.008 | 0.003 | 0.007 | 0.008 | 0.005 | 0.005 | 0.006 | 0.0018 | 30.4 |
| Ag107 | 0.006 | 0.004 | 0.003 | 0.002 | 0.005 | 0.003 | 0.004 | ＜0.005 | 0.0013 | / |
| Cd111 | 0.144 | 0.198 | 0.168 | 0.178 | 0.23 | 0.06 | 0.208 | 0.17 | 0.0558 | 32.9 |
| In115 | 0.044 | 0.027 | 0.013 | 0.008 | 0.01 | 0.016 | 0.03 | 0.021 | 0.0131 | 61.8 |
| Sn119 | 0.004 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.0015 | / |
| Sb121 | 0.002 | 0.002 | 0.003 | 0.008 | 0.003 | 0.003 | 0.003 | ＜0.005 | 0.0021 | / |
| I127 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.0000 | / |
| Te130 | 0.019 | 0.017 | 0.004 | 0.004 | 0.013 | 0.014 | 0.005 | 0.011 | 0.0064 | 59.1 |
| Cs133 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.0000 | / |
| Ba138 | 0.001 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.0004 | / |
| La139 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | ＜0.005 | 0.0000 | / |
| Ce140 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.0000 | / |
| Pr141 | 0.001 | 0 | 0.001 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.0005 | / |
| Nd142 | 0.003 | 0.002 | 0 | 0 | 0.002 | 0.001 | 0.001 | ＜0.005 | 0.0011 | / |
| Sm152 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.001 | 0.001 | 0 | ＜0.001 | 0.0005 | / |
| Eu153 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.0000 | / |
| Gd158 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.0000 | / |
| Tb159 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.0000 | / |
| Dy164 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.0000 | / |
| Ho165 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.0000 | / |
| Er166 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | ＜0.005 | 0.0000 | / |
| Tm169 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.0000 | / |
| Yb174 | 0.004 | 0.002 | 0.002 | 0.001 | 0.001 | 0.002 | 0.004 | ＜0.005 | 0.0013 | / |
| Lu175 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.0000 | / |
| Hf178 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | ＜0.005 | 0.0000 | / |
| Ta181 | 0.324 | 0.143 | 0.586 | 0.204 | 0.146 | 0.158 | 0.188 | 0.25 | 0.1608 | 64.3 |
| W184 | 0.006 | 0.002 | 0.007 | 0.002 | 0.002 | 0.002 | 0.002 | ＜0.005 | 0.0022 | / |
| Re187 | 0.043 | 0.025 | 0.014 | 0.011 | 0.005 | 0.007 | 0.013 | 0.017 | 0.0132 | 78.3 |
| Os192 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.001 | 0.001 | ＜0.001 | 0.0005 | / |
| Ir193 | 0 | 0 | 0.001 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.0004 | / |
| Pt195 | 0.002 | 0.006 | 0 | 0 | 0.001 | 0 | 0 | ＜0.005 | 0.0022 | / |
| Au197 | 0.087 | 0.093 | 0.103 | 0.112 | 0.102 | 0.104 | 0.148 | 0.11 | 0.0198 | 18.5 |
| Hg202 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.0000 | / |
| Tl205 | 0.002 | 0.002 | 0.003 | 0.003 | 0.003 | 0.003 | 0.003 | ＜0.005 | 0.0005 | / |
| Pb208 | 0.001 | 0.001 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.0005 | / |
| Bi209 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.0000 | / |
| Th232 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.0000 | / |
| U238 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.0000 | / |

表6 3#锗样品

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 测试值/mg/kg | | | | | | | 平均值/mg/kg | SD | RSD/% |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Li7 | 0.003 | 0.003 | 0.002 | 0.002 | 0.002 | 0.004 | 0.003 | ＜0.005 | 0.001 | / |
| Be9 | 0.003 | 0.005 | 0.002 | 0.002 | 0.001 | 0.002 | 0.003 | ＜0.005 | 0.001 | / |
| B11 | 0.008 | 0.006 | 0 | 0 | 0.001 | 0 | 0.003 | ＜0.005 | 0.003 | / |
| F19 | 0.007 | 0.004 | 0.001 | 0.002 | 0.003 | 0.001 | 0.001 | ＜0.005 | 0.002 | / |
| Na23 | 0.023 | 0.033 | 0.023 | 0.028 | 0.029 | 0.017 | 0.028 | 0.026 | 0.005 | 20 |
| Mg24 | 0.059 | 0.035 | 0.02 | 0.014 | 0.008 | 0.003 | 0 | 0.020 | 0.021 | 105 |
| Al27 | 0.031 | 0.028 | 0.032 | 0.037 | 0.021 | 0.007 | 0.006 | 0.023 | 0.012 | 53 |
| Si28 | 1.249 | 0.82 | 0.387 | 0.36 | 0.326 | 0.263 | 0.318 | 0.53 | 0.367 | 69 |
| P31 | 0.004 | 0.004 | 0.003 | 0.003 | 0.011 | 0.004 | 0.005 | 0.005 | 0.003 | 58 |
| S32 | 0.007 | 0.013 | 0.003 | 0.006 | 0.013 | 0.009 | 0.004 | 0.008 | 0.004 | 51 |
| Cl35 | 0.118 | 01.26 | 0.199 | 0.153 | 0.103 | 0.161 | 0.161 | ＜0.2 | 8.374 | / |
| K39 | 0.013 | 0.022 | 0.029 | 0.017 | 0.028 | 0.018 | 0.017 | ＜0.05 | 0.006 | / |
| Ca44 | 0.035 | 0.024 | 0.049 | 0.035 | 0.013 | 0.044 | 0.051 | 0.036 | 0.014 | 38 |
| Sc45 | 0.009 | 0.012 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.005 | 0.005 | / |
| Ti49 | 0.01 | 0 | 0.008 | 0.003 | 0.007 | 0.004 | 0 | 0.005 | 0.004 | 86 |
| V51 | 0 | 0.004 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.002 | / |
| Cr52 | 0.008 | 0.009 | 0 | 0.002 | 0.001 | 0.001 | 0.002 | ＜0.005 | 0.004 | / |
| Mn55 | 0.051 | 0.037 | 0.039 | 0.01 | 0.025 | 0.045 | 0.026 | ＜0.05 | 0.068 | / |
| Fe54 | 0.049 | 0.047 | 0.047 | 0.045 | 0.033 | 0.009 | 0.039 | ＜0.05 | 0.193 | / |
| Ni60 | 0.007 | 0.009 | 0.002 | 0.014 | 0.043 | 0.05 | 0.033 | 0.023 | 0.019 | 85 |
| Co59 | 0 | 0.001 | 0 | 0.001 | 0 | 0 | 0.002 | ＜0.001 | 0.001 | / |
| Cu63 | 0.0006 | 0.0008 | 0.0009 | 0.0004 | 0.0009 | 0.0005 | 0.0009 | ＜0.001 | 0.031 | / |
| Zn64 | 0.007 | 0.005 | 0 | 0.004 | 0.007 | 0.003 | 0.005 | ＜0.005 | 0.002 | / |
| Ga69 | 0 | 0.007 | 0.005 | 0.006 | 0 | 0.008 | 0 | ＜0.005 | 0.004 | / |
| As75 | 0.208 | 0.187 | 0.165 | 0.126 | 0.192 | 0.16 | 0.117 | ＜0.2 | 0.096 | / |
| Br79 | 0.018 | 0.019 | 0.009 | 0.009 | 0.005 | 0.007 | 0.005 | 0.010 | 0.006 | 57 |
| Se82 | 0.036 | 0.032 | 0.023 | 0.021 | 0.036 | 0.027 | 0.044 | ＜0.05 | 0.048 | / |
| Rb85 | 0.002 | 0 | 0.002 | 0.004 | 0.001 | 0.002 | 0.001 | ＜0.005 | 0.001 | / |
| Sr88 | 0.031 | 0.013 | 0.011 | 0.01 | 0.011 | 0.011 | 0.013 | ＜0.05 | 0.007 | / |
| Y89 | 0.0005 | 0.0001 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0001 | 0.0003 | 0.0002 | ＜0.001 | 0.001 | / |
| Zr90 | 0.0018 | 0.001 | 0.001 | 0.005 | 0.002 | 0.004 | 0.003 | ＜0.005 | 0.008 | / |
| Nb93 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.002 | ＜0.001 | 0.001 | / |
| Mo96 | 0.003 | 0.002 | 0.003 | 0.003 | 0.003 | 0.006 | 0.007 | ＜0.005 | 0.013 | / |
| Ru102 | 0.002 | 0.003 | 0.002 | 0.002 | 0.005 | 0.002 | 0 | ＜0.005 | 0.001 | / |
| Rh103 | 0.006 | 0.008 | 0.003 | 0.004 | 0.008 | 0.006 | 0.002 | 0.005 | 0.002 | 45 |
| Pd105 | 0.005 | 0 | 0.003 | 0.003 | 0.004 | 0 | 0.005 | ＜0.005 | 0.002 | / |
| Ag107 | 0.004 | 0.012 | 0.005 | 0.003 | 0.006 | 0.018 | 0 | 0.007 | 0.006 | 89 |
| Cd111 | 0.045 | 0 | 0.078 | 0.145 | 0.034 | 0.116 | 0.045 | 0.066 | 0.050 | 76 |
| In115 | 0.074 | 0.009 | 0.016 | 0.012 | 0.023 | 0.029 | 0.022 | 0.026 | 0.022 | 83 |
| Sn119 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.015 | 0 | ＜0.005 | 0.006 | / |
| Sb121 | 0.01 | 0.014 | 0.006 | 0.006 | 0.021 | 0.008 | 0.046 | 0.016 | 0.014 | 90 |
| I127 | 0.001 | 0.006 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | ＜0.005 | 0.002 | / |
| Te130 | 0.014 | 0.132 | 0.024 | 0.009 | 0.011 | 0.012 | 0.014 | 0.031 | 0.045 | 145 |
| Cs133 | 0.007 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.005 | 0.003 | / |
| Ba138 | 0.001 | 0.002 | 0 | 0 | 0.002 | 0 | 0 | 0.001 | 0.001 | 133 |
| La139 | 0.001 | 0.002 | 0.003 | 0.002 | 0.003 | 0.003 | 0.001 | ＜0.005 | 0.001 | / |
| Ce140 | 0 | 0.008 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.005 | 0.003 | / |
| Pr141 | 0.004 | 0.002 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | ＜0.005 | 0.001 | / |
| Nd142 | 0.007 | 0 | 0.002 | 0.004 | 0.001 | 0.003 | 0 | ＜0.005 | 0.003 | / |
| Sm152 | 0.006 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.005 | 0.002 | / |
| Eu153 | 0.01 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.005 | 0.004 | / |
| Gd158 | 0 | 0 | 0.001 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.000 | / |
| Tb159 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.000 | / |
| Dy164 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.003 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.001 | / |
| Ho165 | 0.004 | 0.008 | 0 | 0 | 0.002 | 0 | 0 | ＜0.005 | 0.003 | / |
| Er166 | 0.003 | 0.005 | 0.002 | 0.002 | 0.009 | 0.003 | 0.002 | ＜0.005 | 0.003 | / |
| Tm169 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.015 | ＜0.005 | 0.006 | / |
| Yb174 | 0.013 | 0.005 | 0.003 | 0.001 | 0.004 | 0 | 0 | ＜0.005 | 0.005 | / |
| Lu175 | 0.008 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.007 | 0 | ＜0.005 | 0.004 | / |
| Hf178 | 0.003 | 0.005 | 0.002 | 0.002 | 0.003 | 0.003 | 0.003 | ＜0.005 | 0.001 | / |
| Ta181 | 0.1 | 0.129 | 0.182 | 0.176 | 0.186 | 0.175 | 0.178 | 0.16 | 0.033 | 20 |
| W184 | 0.007 | 0.01 | 0.004 | 0.004 | 0.04 | 0.006 | 0.007 | 0.011 | 0.013 | 116 |
| Re187 | 0.08 | 0.007 | 0.002 | 0.002 | 0.018 | 0.003 | 0.003 | 0.016 | 0.029 | 174 |
| Os192 | 0 | 0 | 0 | 0.001 | 0.001 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.000 | / |
| Ir193 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.000 | / |
| Pt195 | 0 | 0.052 | 0 | 0 | 0.003 | 0 | 0 | 0.008 | 0.019 | 248 |
| Au197 | 0.121 | 0.168 | 0.182 | 0.175 | 0.173 | 0.166 | 0.176 | 0.17 | 0.020 | 12 |
| Hg202 | 0 | 0.003 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.001 | / |
| Tl205 | 0.01 | 0.004 | 0.006 | 0.006 | 0.007 | 0.008 | 0.01 | 0.007 | 0.002 | 30 |
| Pb208 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.000 | / |
| Bi209 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | ＜0.001 | 0.000 | / |
| Th232 | 0.002 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | ＜0.005 | 0.000 | / |
| U238 | 0.009 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | ＜0.005 | 0.003 | / |

4.3 峨眉半导体的验证数据见表7

表7 峨眉半导体的1#、2#、3#样验证数据（单位：mg/Kg）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1# | | 2# | | 3# | |
| Li7 | <0.001 | Li7 | 0.002 | Li7 | <0.001 |
| Be9 | <0.001 | Be9 | <0.001 | Be9 | <0.001 |
| B11 | <0.001 | B11 | 0.002 | B11 | <0.001 |
| F19 | 0.01 | F19 | 0.022 | F19 | 0.012 |
| Na23 | 0.002 | Na23 | 0.006 | Na23 | 0.002 |
| Mg24 | <0.001 | Mg24 | <0.001 | Mg24 | <0.001 |
| Al27 | <0.005 | Al27 | <0.005 | Al27 | <0.001 |
| Si28 | 1.6 | Si28 | 1.2 | Si28 | 0.23 |
| P31 | 0.005 | P31 | 0.009 | P31 | 0.008 |
| Cl35 | 0.23 | Cl35 | 0.12 | Cl35 | 0.25 |
| K39 | 0.005 | K39 | 0.02 | K39 | 0.008 |
| Ca44 | <0.005 | Ca44 | 0.003 | Ca44 | <0.005 |
| Sc45 | <0.001 | Sc45 | <0.001 | Sc45 | <0.001 |
| Ti48 | <0.001 | Ti48 | <0.001 | Ti49 | <0.001 |
| V51 | <0.001 | V51 | <0.001 | V51 | <0.001 |
| Cr52 | <0.005 | Cr52 | <0.005 | Cr52 | <0.005 |
| Mn55 | 0.002 | Mn55 | 0.002 | Mn55 | <0.001 |
| Fe56 | <0.005 | Fe56 | 0.03 | Fe56 | <0.001 |
| Co59 | <0.001 | Co59 | <0.001 | Co59 | <0.001 |
| Ni60 | <0.001 | Ni60 | <0.001 | Ni60 | <0.001 |
| Cu63 | 0.004 | Cu63 | 0.004 | Cu63 | 0.004 |
| Zn64 | 0.01 | Zn64 | 0.002 | Zn64 | 0.004 |
| Ga69 | 0.003 | Ga69 | 0.006 | Ga69 | 0.004 |
| Se82 | 0.02 | Se82 | 0.05 | Se82 | 0.016 |
| Br79 | 0.003 | Br79 | 0.002 | Br79 | 0.005 |
| Rb85 | <0.005 | Rb85 | <0.005 | Rb85 | 0.002 |
| Mo94 | <0.005 | Mo94 | 0.02 | Mo94 | <0.005 |
| Ru102 | <0.005 | Ru102 | 0.003 | Ru102 | 0.009 |
| Rh103 | <0.001 | Rh103 | <0.001 | Rh103 | <0.001 |
| Pd105 | 0.002 | Pd105 | 0.003 | Pd105 | 0.005 |
| Ag107 | 0.002 | Ag107 | 0.002 | Ag107 | <0.005 |
| Cd111 | 0.002 | Cd111 | 0.002 | Cd111 | 0.002 |
| In115 | 0.003 | In115 | 0.003 | In115 | 0.003 |
| Sn119 | 0.1 | Sn119 | 0.002 | Sn119 | 0.009 |
| Sb123 | <0.001 | Sb123 | <0.001 | Sb123 | <0.001 |
| Te130 | 0.002 | Te130 | <0.001 | Te130 | <0.005 |
| I127 | <0.001 | I127 | <0.001 | I127 | <0.001 |
| Cs133 | <0.001 | Cs133 | <0.001 | Cs133 | <0.001 |
| Ba138 | <0.001 | Ba138 | <0.001 | Ba138 | <0.001 |
| La139 | <0.001 | La139 | <0.001 | La139 | <0.001 |
| Ce140 | <0.001 | Ce140 | <0.001 | Ce140 | <0.001 |
| Pr141 | <0.001 | Pr141 | <0.001 | Pr141 | <0.001 |
| Nd142 | <0.005 | Nd142 | <0.005 | Nd142 | <0.005 |
| Sm152 | <0.001 | Sm152 | <0.001 | Sm152 | <0.001 |
| Eu153 | <0.001 | Eu153 | <0.001 | Eu153 | <0.001 |
| Gd158 | <0.001 | Gd158 | <0.001 | Gd158 | <0.001 |
| Tb159 | <0.001 | Tb159 | <0.001 | Tb159 | <0.001 |
| Dy164 | <0.001 | Dy164 | <0.001 | Dy164 | <0.001 |
| Ho165 | <0.001 | Ho165 | <0.001 | Ho165 | <0.001 |
| Er166 | <0.001 | Er166 | <0.001 | Er166 | <0.001 |
| Tm169 | <0.001 | Tm169 | <0.001 | Tm169 | <0.001 |
| Yb174 | <0.001 | Yb174 | <0.001 | Yb174 | <0.001 |
| Lu175 | <0.001 | Lu175 | <0.001 | Lu175 | <0.001 |
| Hf178 | <0.001 | Hf178 | <0.001 | Hf178 | <0.001 |
| Ta181 | <0.001 | Ta181 | <0.001 | Ta181 | <0.001 |
| W184 | <0.001 | W184 | <0.001 | W184 | <0.001 |
| Re185 | <0.001 | Re185 | <0.001 | Re187 | <0.001 |
| Os192 | <0.001 | Os192 | <0.001 | Os192 | <0.001 |
| Ir193 | <0.001 | Ir193 | <0.001 | Ir193 | <0.001 |
| Pt194 | <0.001 | Pt194 | <0.001 | Pt194 | <0.001 |
| Au197 | <0.001 | Au197 | <0.001 | Au197 | <0.001 |
| Hg202 | 0.002 | Hg202 | 0.007 | Hg202 | <0.001 |
| Tl205 | <0.001 | Tl205 | 0.002 | Tl205 | <0.001 |
| Pb208 | <0.001 | Pb208 | 0.002 | Pb208 | <0.001 |
| Bi209 | <0.001 | Bi209 | <0.001 | Bi209 | <0.001 |
| Th232 | <0.001 | Th232 | <0.001 | Th232 | <0.001 |
| U238 | <0.001 | U238 | <0.001 | U238 | <0.001 |

4.4 驰宏锗业股份有限公司的验证数据见表8

表8 驰宏锗业的1#、2#、3#样品验证数据（单位：%）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1# | | 2# | | 3# | |
| Li | 0.0000005 | Li | 0.0000006 | Li | 0.0000004 |
| Be | 0.0000007 | Be | 0.0000006 | Be | 0.0000007 |
| B | 0.0000012 | B | 0.0000012 | B | 0.0000017 |
| Na | 0.0000002 | Na | 0.0000030 | Na | 0.0000019 |
| Mg | 0.0000002 | Mg | 0.0000002 | Mg | 0.0000002 |
| Al | 0.0000002 | Al | 0.0000003 | Al | 0.0000005 |
| Si | 0.00020 | Si | 0.00013 | Si | 0.000063 |
| P | 0.0000011 | P | 0.0000009 | P | 0.0000009 |
| K | 0.0000004 | K | 0.000037 | K | 0.000019 |
| Ca | 0.0000015 | Ca | 0.0000014 | Ca | 0.0000012 |
| Sc | <0.0000001 | Sc | <0.0000001 | Sc | <0.0000001 |
| Ti | <0.0000001 | Ti | <0.0000001 | Ti | <0.0000001 |
| V | <0.0000001 | V | <0.0000001 | V | <0.0000001 |
| Cr | 0.0000004 | Cr | 0.0000011 | Cr | 0.0000009 |
| Mn | 0.0000001 | Mn | 0.0000042 | Mn | 0.0000043 |
| Fe | 0.0000013 | Fe | 0.0000056 | Fe | 0.0000064 |
| Co | <0.0000001 | Co | <0.0000001 | Co | <0.0000001 |
| Ni | 0.0000004 | Ni | 0.0000005 | Ni | 0.0000004 |
| Cu | 0.0000007 | Cu | 0.0000015 | Cu | 0.0000014 |
| Zn | 0.0000016 | Zn | 0.0000040 | Zn | 0.0000023 |
| Ga | 0.0000006 | Ga | 0.0000006 | Ga | 0.0000004 |
| Se | 0.000012 | Se | 0.00012 | Se | 0.000085 |
| Br | 0.0000006 | Br | 0.0000067 | Br | 0.000014 |
| Rb | 0.0000002 | Rb | 0.0000003 | Rb | 0.0000003 |
| Sr | 0.000056 | Sr | 0.000023 | Sr | 0.000031 |
| Y | 0.000025 | Y | 0.000024 | Y | 0.000034 |
| Zr | 0.00014 | Zr | 0.000056 | Zr | 0.000080 |
| Nb | 0.0000075 | Nb | 0.000019 | Nb | 0.000023 |
| Mo | 0.0000006 | Mo | 0.0000003 | Mo | 0.0000002 |
| Ru | 0.0000007 | Ru | 0.0000003 | Ru | 0.0000004 |
| Rh | 0.0000005 | Rh | 0.0000024 | Rh | 0.0000016 |
| Pd | 0.0000027 | Pd | 0.0000057 | Pd | 0.000014 |
| Ag | 0.0000026 | Ag | 0.0000058 | Ag | 0.000020 |
| Cd | 0.0000068 | Cd | 0.00010 | Cd | 0.000098 |
| In | 0.0000001 | In | 0.0000003 | In | 0.0000003 |
| Sn | 0.0000009 | Sn | 0.000043 | Sn | 0.000045 |
| Sb | 0.0000005 | Sb | 0.0000004 | Sb | 0.0000003 |
| Te | 0.0000007 | Te | 0.0000008 | Te | 0.0000007 |
| I | 0.0000001 | I | 0.0000001 | I | 0.0000002 |
| Cs | 0.0000001 | Cs | 0.0000001 | Cs | 0.0000001 |
| Ba | <0.0000001 | Ba | <0.0000001 | Ba | 0.0000001 |
| La | <0.0000001 | La | <0.0000001 | La | <0.0000001 |
| Ce | 0.0000001 | Ce | 0.0000001 | Ce | <0.0000001 |
| Pr | 0.0000001 | Pr | 0.0000001 | Pr | <0.0000001 |
| Nd | 0.0000003 | Nd | 0.0000002 | Nd | 0.0000002 |
| Sm | 0.0000002 | Sm | 0.0000002 | Sm | 0.0000002 |
| Eu | 0.0000001 | Eu | 0.0000001 | Eu | 0.0000001 |
| Gd | 0.0000002 | Gd | 0.0000002 | Gd | 0.0000002 |
| Tb | <0.0000001 | Tb | 0.0000001 | Tb | 0.0000001 |
| Dy | 0.0000001 | Dy | 0.0000001 | Dy | 0.0000002 |
| Ho | 0.0000001 | Ho | 0.0000001 | Ho | 0.0000001 |
| Er | 0.0000002 | Er | 0.0000002 | Er | 0.0000002 |
| Tm | <0.0000001 | Tm | <0.0000001 | Tm | <0.0000001 |
| Yb | 0.0000001 | Yb | 0.0000002 | Yb | 0.0000001 |
| Lu | <0.0000001 | Lu | <0.0000001 | Lu | <0.0000001 |
| Hf | 0.0000001 | Hf | 0.0000001 | Hf | 0.0000001 |
| Ta | 0.0000001 | Ta | 0.0000001 | Ta | 0.0000001 |
| W | 0.0000003 | W | 0.0000002 | W | 0.0000002 |
| Re | 0.0000001 | Re | 0.0000001 | Re | 0.0000001 |
| Os | 0.0000007 | Os | 0.0000008 | Os | 0.0000004 |
| Ir | 0.0000001 | Ir | 0.0000001 | Ir | 0.0000001 |
| Pt | 0.0000005 | Pt | 0.0000004 | Pt | 0.0000003 |
| Au | 0.0000001 | Au | 0.0000001 | Au | 0.0000001 |
| Hg | 0.0000009 | Hg | 0.0000008 | Hg | 0.0000017 |
| Tl | 0.0000002 | Tl | 0.0000002 | Tl | 0.0000003 |
| Pb | 0.0000046 | Pb | 0.0000060 | Pb | 0.0000068 |
| Bi | 0.0000001 | Bi | 0.0000001 | Bi | 0.0000001 |
| Th | 0.0000001 | Th | 0.0000001 | Th | 0.0000001 |
| U | <0.0000001 | U | <0.0000001 | U | <0.0000001 |

4.5 安徽光智科技有限公司的验证数据见下表9、10、11

表9 1#Ge样品测定结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 测定值/(mg/kg) | | | | | | | 平均值 | SD | RSD/% |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | /(mg/kg) |
| Li | 0.0002 | 0.0001 | 0 | 0.0002 | 0.0003 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0001 |  |
| Be | 0.0007 | 0.0005 | 0 | 0.0003 | 0.0003 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0002 |  |
| B | 0.0001 | 0 | 0 | 0.0005 | 0.0002 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0002 |  |
| F | 0.034 | 0.0026 | 0.0021 | 0.0007 | 0.0009 | 0 | 0 | <0.005 | 0.0145 |  |
| Na | 0.0001 | 0.0003 | 0 | 0.0004 | 0.0002 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0002 |  |
| Mg | 0.0002 | 0.0002 | 0 | 0.0004 | 0.0001 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0001 |  |
| Al | 0.0004 | 0.0027 | 0.0038 | 0.0054 | 0.0008 | 0.0017 | 0.0016 | <0.005 | 0.0018 |  |
| Si | 1.712 | 1.745 | 1.703 | 1.658 | 1.765 | 1.7679 | 1.7628 | 1.73 | 0.0412 | 2.4 |
| P | 0.0001 | 0.0001 | 0 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | <0.001 | 0.0001 |  |
| S | 0.0005 | 0.0004 | 0 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0001 | 0.0001 | <0.001 | 0.0002 |  |
| Cl | 0.0677 | 0.0516 | 0.0255 | 0.0545 | 0.0241 | 0.0109 | 0.0313 | <0.2 | 0.0203 |  |
| K | 0.0211 | 0.0283 | 0.0251 | 0.0621 | 0.0211 | 0.0174 | 0.0159 | <0.05 | 0.0159 |  |
| Ca | 0.0007 | 0.0021 | 0 | 0.0014 | 0.0005 | 0 | 0 | <0.005 | 0.0007 |  |
| Sc | 0.0001 | 0 | 0 | 0 | 0.0001 | 0 | 0 | <0.001 | 0 |  |
| Ti | 0.0003 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0001 |  |
| V | 0 | 0 | 0 | 0.0001 | 0.0001 | 0 | 0 | <0.001 | 0 |  |
| Cr | 0.0002 | 0.0003 | 0.0002 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0002 | 0.0002 | <0.005 | 0.0001 |  |
| Fe | 0.0229 | 0.022 | 0.0244 | 0.044 | 0.0307 | 0.033 | 0.0326 | <0.05 | 0.0077 |  |
| Mn | 0.0015 | 0.0028 | 0.0023 | 0.0103 | 0.0043 | 0.0046 | 0.0048 | <0.02 | 0.0029 |  |
| Co | 0.0001 | 0.0001 | 0 | 0.0001 | 0.0002 | 0 | 0 | <0.001 | 0 |  |
| Ni | 0.0001 | 0.0003 | 0 | 0.0001 | 0.0001 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0001 |  |
| Cu | 0.0002 | 0.0001 | 0 | 0.0006 | 0.0007 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0003 |  |
| Zn | 0.0004 | 0.0002 | 0 | 0.0001 | 0.0002 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0001 |  |
| Ga | 0.0015 | 0.0014 | 0 | 0.0019 | 0.003 | 0 | 0 | <0.01 | 0.0007 |  |
| As | 0.8101 | 0.4484 | 0.2677 | 0.1682 | 0.1135 | 0.1767 | 0.159 | <0.2 | 0.2484 |  |
| Br | 0.0027 | 0.0016 | 0.0017 | 0.0094 | 0.0013 | 0 | 0 | <0.005 | 0.0034 |  |
| Se | 0.0197 | 0.0096 | 0.0071 | 0.0227 | 0.037 | 0.0224 | 0.0284 | <0.05 | 0.0103 |  |
| Rb | 0.0009 | 0.0008 | 0 | 0.0011 | 0.0006 | 0 | 0 | <0.005 | 0.0002 |  |
| Sr | 0.0007 | 0.0004 | 0 | 0.0012 | 0 | 0 | 0 | <0.005 | 0.0005 |  |
| Y | 0.0002 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0004 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0002 | <0.001 | 0.0001 |  |
| Zr | 0.0014 | 0.0008 | 0.0005 | 0.0035 | 0.0008 | 0.0005 | 0.0005 | <0.005 | 0.0011 |  |
| Nb | 0.0008 | 0 | 0 | 0.0001 | 0.0002 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0003 |  |
| Mo | 0.0011 | 0.0017 | 0.0024 | 0.0027 | 0.0029 | 0 | 0 | <0.005 | 0.0007 |  |
| Ru | 0.0037 | 0.0037 | 0.0046 | 0.004 | 0.0028 | 0 | 0 | <0.005 | 0.0007 |  |
| Rh | 0.0002 | 0.0004 | 0 | 0.0006 | 0.0003 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0002 |  |
| Pd | 0.0014 | 0.002 | 0 | 0.0018 | 0.0007 | 0 | 0 | <0.005 | 0.0006 |  |
| Ag | 0.0008 | 0.001 | 0 | 0.0013 | 0.0014 | 0 | 0 | <0.005 | 0.0003 |  |
| Cd | 0.0029 | 0.01 | 0.0065 | 0.0044 | 0.0053 | 0 | 0 | <0.05 | 0.0027 |  |
| In | 0.0006 | 0.0014 | 0.0011 | 0.0161 | 0.0883 | 0.0549 | 0.0391 | <0.01 | 0.0337 |  |
| Sn | 0.0009 | 0.0011 | 0 | 0.0008 | 0.0004 | 0 | 0 | <0.005 | 0.0003 |  |
| Sb | 0.0003 | 0.0002 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0001 |  |
| Te | 0.0006 | 0.0003 | 0 | 0.0006 | 0.0006 | 0 | 0 | <0.005 | 0.0002 |  |
| I | 0.0001 | 0.0001 | 0 | 0.0001 | 0.0001 | 0 | 0 | <0.001 | 0 |  |
| Cs | 0.0001 | 0.0001 | 0 | 0.0001 | 0.0001 | 0 | 0 | <0.001 | 0 |  |
| Ba | 0.0001 | 0.0001 | 0 | 0.0002 | 0.0006 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0002 |  |
| La | 0.0001 | 0.0001 | 0 | 0.0001 | 0.0001 | 0 | 0 | <0.001 | 0 |  |
| Ce | 6.4422 | 6.1272 | 0 | 0.0003 | 0.0003 | 0 | 0 | <0.001 | 3.6306 |  |
| Pr | 0.0001 | 0.0001 | 0 | 0.0001 | 0.0001 | 0 | 0 | <0.001 | 0 |  |
| Nd | 0.0008 | 0.0004 | 0 | 0.0006 | 0.0009 | 0 | 0 | <0.005 | 0.0002 |  |
| Sm | 0.0006 | 0.0002 | 0 | 0.0003 | 0.0004 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0002 |  |
| Eu | 0.0001 | 0.0001 | 0 | 0.0002 | 0.0002 | 0 | 0 | <0.001 | 0 |  |
| Gd | 0.0002 | 0.0002 | 0 | 0.0003 | 0.0004 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0001 |  |
| Tb | 0.0001 | 0.0001 | 0 | 0.0003 | 0.0001 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0001 |  |
| Dy | 0.0002 | 0.0002 | 0 | 0.0003 | 0.0004 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0001 |  |
| Ho | 0.0001 | 0.0001 | 0 | 0.0001 | 0.0001 | 0 | 0 | <0.001 | 0 |  |
| Er | 0.0002 | 0.0002 | 0 | 0.0003 | 0.0003 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0001 |  |
| Tm | 0.0001 | 0.0001 | 0 | 0.0001 | 0.0001 | 0 | 0 | <0.001 | 0 |  |
| Yb | 0.0002 | 0.0002 | 0 | 0.0004 | 0.0004 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0001 |  |
| Lu | 0.0001 | 0.0001 | 0 | 0.0001 | 0.0001 | 0 | 0 | <0.001 | 0 |  |
| Hf | 0.0002 | 0.0002 | 0 | 0.0003 | 0.0003 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0001 |  |
| Ta | 0.1297 | 0.0967 | 0.0758 | 0.0804 | 0.0799 | 0.0807 | 0.0865 | <0.2 | 0.0188 |  |
| W | 0.0002 | 0.0002 | 0 | 0.0003 | 0.0003 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0001 |  |
| Re | 0.0002 | 0.0002 | 0 | 0.0003 | 0.0003 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0001 |  |
| Os | 0.0002 | 0.0002 | 0 | 0.0003 | 0.0003 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0001 |  |
| Ir | 0.0002 | 0.0001 | 0 | 0.0002 | 0.0003 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0001 |  |
| Pt | 0.0001 | 0.0001 | 0 | 0.0002 | 0.0002 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0001 |  |
| Au | 0.0077 | 0.0046 | 0.0034 | 0.0011 | 0.0064 | 0.0106 | 0.0136 | <0.02 | 0.0043 |  |
| Hg | 0.0003 | 0.0003 | 0 | 0.0005 | 0.0005 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0001 |  |
| Tl | 0.0003 | 0.0003 | 0 | 0.0004 | 0.0005 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0001 |  |
| Pb | 0.0002 | 0.0002 | 0 | 0.0003 | 0.0003 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0001 |  |
| Bi | 0.0005 | 0.0005 | 0 | 0.0003 | 0.0011 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0003 |  |
| Th | 0.0001 | 0 | 0 | 0.0001 | 0.0001 | 0 | 0 | <0.001 | 0 |  |
| U | 0.0001 | 0.0001 | 0 | 0.0001 | 0.0001 | 0 | 0 | <0.001 | 0 |  |

表10 2#Ge样品测定结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 测定值/(mg/kg) | | | | | | | 平均值 /(mg/kg) | SD | RSD/% |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |  |  |
| Li | 0.0004 | 0.001 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0003 |  |
| Be | 0.0004 | 0.0012 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0004 |  |
| B | 0.0003 | 0.0003 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0 | 0 | <0.001 | 0 |  |
| F | 0.0106 | 0.0026 | 0.0012 | 0.0009 | 0.0006 | 0 | 0 | <0.005 | 0.0042 |  |
| Na | 0.0003 | 0.0002 | 0.0019 | 0.0002 | 0.0002 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0007 |  |
| Mg | 0.0006 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0004 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0002 |  |
| Al | 0.0008 | 0.0008 | 0.0032 | 0.0015 | 0.0017 | 0 | 0 | <0.005 | 0.001 |  |
| Si | 0.7658 | 0.7942 | 0.8176 | 0.7715 | 0.7855 | 0.7851 | 0.7599 | 0.783 | 0.0196 | 2.5 |
| P | 0.0003 | 0.0009 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0001 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0003 |  |
| S | 0.0011 | 0.0021 | 0.0004 | 0.0003 | 0.0008 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0007 |  |
| Cl | 0.0061 | 0.0099 | 0.0301 | 0.0102 | 0.0245 | 0 | 0 | <0.2 | 0.0105 |  |
| K | 0.1492 | 0.059 | 0.0474 | 0.0391 | 0.0377 | 0.0356 | 0.0407 | <0.05 | 0.0408 |  |
| Ca | 0.0033 | 0.0035 | 0.0029 | 0.002 | 0.001 | 0 | 0 | <0.005 | 0.001 |  |
| Sc | 0.0001 | 0.0002 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0001 |  |
| Ti | 0.0001 | 0.0002 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0001 |  |
| V | 0.0001 | 0.0004 | 0.0002 | 0.0001 | 0.0001 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0001 |  |
| Cr | 0.0003 | 0.0003 | 0.0002 | 0.0004 | 0.0003 | 0 | 0 | <0.005 | 0.0001 |  |
| Fe | 0.0501 | 0.0387 | 0.0415 | 0.0374 | 0.0438 | 0.0423 | 0.0446 | <0.05 | 0.0042 |  |
| Mn | 0.0126 | 0.0118 | 0.0117 | 0.0116 | 0.0117 | 0.0144 | 0.0143 | <0.02 | 0.0012 |  |
| Co | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0 | 0 | <0.001 | 0 |  |
| Ni | 0.0008 | 0.0007 | 0.0002 | 0.0006 | 0.0002 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0003 |  |
| Cu | 0.0003 | 0.0005 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0002 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0001 |  |
| Zn | 0.0004 | 0.0002 | 0.0003 | 0.0002 | 0.0004 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0001 |  |
| Ga | 0 | 0.0019 | 0.0012 | 0.002 | 0.0024 | 0 | 0 | <0.01 | 0.001 |  |
| As | 0.5545 | 0.2387 | 0.1754 | 0.1486 | 0.1264 | 0.1231 | 0.1208 | <0.2 | 0.1565 |  |
| Br | 0.0085 | 0.0017 | 0.0028 | 0.0022 | 0.0015 | 0 | 0 | <0.005 | 0.0029 |  |
| Se | 0.1201 | 0.04 | 0.0196 | 0.0099 | 0.0165 | 0 | 0 | <0.05 | 0.0455 |  |
| Rb | 0.0018 | 0.001 | 0.0013 | 0.0011 | 0.0006 | 0 | 0 | <0.005 | 0.0005 |  |
| Sr | 0.0049 | 0.002 | 0.0011 | 0.0007 | 0.0005 | 0.0007 | 0.0006 | <0.005 | 0.0016 |  |
| Y | 0.002 | 0.0012 | 0.0005 | 0.0004 | 0.0004 | 0.0005 | 0.0003 | <0.001 | 0.0006 |  |
| Zr | 0.0156 | 0.0072 | 0.0022 | 0.0025 | 0.0015 | 0.0006 | 0.0014 | <0.005 | 0.0054 |  |
| Nb | 0.0003 | 0.0004 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | 0 | 0 | <0.001 | 0 |  |
| Mo | 0.0078 | 0.0056 | 0.0066 | 0.0025 | 0.0029 | 0.0071 | 0.0061 | <0.005 | 0.002 |  |
| Ru | 0.001 | 0.0003 | 0.0012 | 0.001 | 0.001 | 0 | 0 | <0.005 | 0.0003 |  |
| Rh | 0.0006 | 0.0002 | 0.0001 | 0.0005 | 0.0007 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0002 |  |
| Pd | 0.0027 | 0.0024 | 0.0034 | 0.0033 | 0.0012 | 0 | 0 | <0.005 | 0.0009 |  |
| Ag | 0.0007 | 0.0003 | 0.0007 | 0.0003 | 0.0003 | 0 | 0 | <0.005 | 0.0002 |  |
| Cd | 0.0137 | 0.0073 | 0.0119 | 0.012 | 0.0075 | 0 | 0 | <0.05 | 0.0029 |  |
| In | 0.0012 | 0.0007 | 0.0012 | 0.0012 | 0.0009 | 0 | 0 | <0.01 | 0.0002 |  |
| Sn | 0.0011 | 0.0015 | 0.0013 | 0.0008 | 0.0025 | 0 | 0 | <0.005 | 0.0006 |  |
| Sb | 0.0003 | 0.0005 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0014 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0005 |  |
| Te | 0.005 | 0.0046 | 0.0014 | 0.0013 | 0.0013 | 0 | 0 | <0.005 | 0.0019 |  |
| I | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0001 | 0.0001 | 0 | 0 | <0.001 | 0 |  |
| Cs | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0001 | 0.0001 | 0 | 0 | <0.001 | 0 |  |
| Ba | 0.0003 | 0.0003 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0 | 0 | <0.001 | 0 |  |
| La | 0.0005 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0002 |  |
| Ce | 0.0005 | 0.0005 | 0.0005 | 0.0001 | 0.0003 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0002 |  |
| Pr | 0.0002 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0 | 0 | <0.001 | 0 |  |
| Nd | 0.0015 | 0.0017 | 0.0026 | 0.0014 | 0.0021 | 0 | 0 | <0.005 | 0.0005 |  |
| Sm | 0.0005 | 0.0005 | 0.0004 | 0.0004 | 0.0004 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0001 |  |
| Eu | 0.0003 | 0.0003 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0 | 0 | <0.001 | 0 |  |
| Gd | 0.0016 | 0.0005 | 0.0004 | 0.0004 | 0.0004 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0005 |  |
| Tb | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0003 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0001 |  |
| Dy | 0.0005 | 0.0005 | 0.0004 | 0.0004 | 0.0004 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0001 |  |
| Ho | 0.0002 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0 | 0 | <0.001 | 0 |  |
| Er | 0.0004 | 0.0004 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | 0 | 0 | <0.001 | 0 |  |
| Tm | 0.0002 | 0.0002 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0 | 0 | <0.001 | 0 |  |
| Yb | 0.0006 | 0.0005 | 0.0005 | 0.0004 | 0.0004 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0001 |  |
| Lu | 0.0002 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0003 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0001 |  |
| Hf | 0.0005 | 0.0004 | 0.0004 | 0.0003 | 0.0003 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0001 |  |
| Ta | 0.1126 | 0.1317 | 0.1276 | 0.133 | 0.1458 | 0.1404 | 0.1426 | <0.2 | 0.0112 |  |
| W | 0.0005 | 0.0004 | 0.0004 | 0.0003 | 0.0003 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0001 |  |
| Re | 0.0004 | 0.0004 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | 0 | 0 | <0.001 | 0 |  |
| Os | 0.0005 | 0.0004 | 0.0004 | 0.0004 | 0.0004 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0001 |  |
| Ir | 0.0011 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0008 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0004 |  |
| Pt | 0.0004 | 0.0003 | 0.0008 | 0.001 | 0.0008 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0003 |  |
| Au | 0.0108 | 0.0125 | 0.0107 | 0.019 | 0.0099 | 0.0058 | 0.0039 | <0.02 | 0.0049 |  |
| Hg | 0.0028 | 0.0007 | 0.0006 | 0.0017 | 0.0006 | 0 | 0 | <0.001 | 0.001 |  |
| Tl | 0.0007 | 0.0006 | 0.0005 | 0.0005 | 0.0005 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0001 |  |
| Pb | 0.0004 | 0.0004 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | 0 | 0 | <0.001 | 0 |  |
| Bi | 0.0004 | 0.0004 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | 0 | 0 | <0.001 | 0 |  |
| Th | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0 | 0 | <0.001 | 0 |  |
| U | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0 | 0 | <0.001 | 0 |  |

表11 3#Ge样品测定结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 测定值/(mg/kg) | | | | | | | 平均值 | SD | RSD/% |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | /(mg/kg) |
| Li | 0.0001 | 0.001 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | 0 | 0.0002 | <0.001 | 0.0003 |  |
| Be | 0.0003 | 0.0004 | 0.0001 | 0.0003 | 0.0002 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0002 |  |
| B | 0.0005 | 0.0007 | 0.0003 | 0.0001 | 0.0002 | 0.0003 | 0 | <0.001 | 0.0002 |  |
| F | 0.0056 | 0.0032 | 0.0022 | 0.0018 | 0.0007 | 0 | 0 | <0.005 | 0.0020 |  |
| Na | 0.0001 | 0.0002 | 0.0012 | 0.0001 | 0.0002 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0004 |  |
| Mg | 0.0002 | 0.0003 | 0.0001 | 0.0002 | 0.0001 | 0.0004 | 0 | <0.001 | 0.0001 |  |
| Al | 0.0012 | 0.008 | 0.004 | 0.0025 | 0.0011 | 0.0042 | 0 | <0.005 | 0.0027 |  |
| Si | 0.2099 | 0.234 | 0.2611 | 0.2429 | 0.218 | 0.2327 | 0.2568 | 0.237 | 0.0188 | 8.0 |
| P | 0.0001 | 0.0004 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0001 |  |
| S | 0.0021 | 0.0011 | 0.0005 | 0.0004 | 0.0003 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0007 |  |
| Cl | 0.0031 | 0.0059 | 0.0101 | 0.0122 | 0.0211 | 0 | 0 | <0.2 | 0.0076 |  |
| K | 0.068 | 0.041 | 0.025 | 0.035 | 0.047 | 0.025 | 0.0256 | <0.05 | 0.0158 |  |
| Ca | 0.009 | 0.0024 | 0.0039 | 0.001 | 0.001 | 0 | 0 | <0.005 | 0.0032 |  |
| Sc | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0002 | 0.0001 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0001 |  |
| Ti | 0.0002 | 0.0002 | 0.0001 | 0.0003 | 0.0001 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0001 |  |
| V | 0.0002 | 0.0005 | 0.0002 | 0.0001 | 0.0003 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0002 |  |
| Cr | 0.0002 | 0.0001 | 0.0002 | 0.0003 | 0.0004 | 0 | 0 | <0.005 | 0.0001 |  |
| Fe | 0.034 | 0.0321 | 0.0451 | 0.0561 | 0.0326 | 0.0316 | 0.0356 | <0.05 | 0.0092 |  |
| Mn | 0.0246 | 0.0128 | 0.0129 | 0.0116 | 0.009 | 0.007 | 0.008 | <0.02 | 0.0059 |  |
| Co | 0.0003 | 0.0002 | 0.0001 | 0.0002 | 0.0001 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0001 |  |
| Ni | 0.0006 | 0.0006 | 0.0002 | 0.0004 | 0.0002 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0003 |  |
| Cu | 0.0001 | 0.0004 | 0.0002 | 0.0004 | 0.0001 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0002 |  |
| Zn | 0.0006 | 0.0004 | 0.0001 | 0.0002 | 0.0003 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0002 |  |
| Ga | 0.0021 | 0.0045 | 0.0032 | 0.005 | 0.0057 | 0 | 0 | <0.01 | 0.0023 |  |
| As | 0.4211 | 0.2585 | 0.1364 | 0.1165 | 0.1145 | 0.1121 | 0.1253 | <0.2 | 0.1169 |  |
| Br | 0.0095 | 0.0016 | 0.0021 | 0.0043 | 0.0021 | 0 | 0 | <0.005 | 0.0033 |  |
| Se | 0.1108 | 0.045 | 0.0412 | 0.0213 | 0.0112 | 0 | 0 | <0.05 | 0.0388 |  |
| Rb | 0.0008 | 0.002 | 0.0004 | 0.0001 | 0.0006 | 0 | 0 | <0.005 | 0.0007 |  |
| Sr | 0.0049 | 0.002 | 0.0011 | 0.0007 | 0.0005 | 0 | 0 | <0.005 | 0.0017 |  |
| Y | 0.002 | 0.0019 | 0.0008 | 0.0007 | 0.0006 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0008 |  |
| Zr | 0.025 | 0.0091 | 0.0018 | 0.0035 | 0.0024 | 0 | 0 | <0.005 | 0.0089 |  |
| Nb | 0.0004 | 0.0006 | 0.0004 | 0.0001 | 0.0002 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0002 |  |
| Mo | 0.0009 | 0.0007 | 0.0009 | 0.0004 | 0.0001 | 0 | 0 | <0.005 | 0.0004 |  |
| Ru | 0.002 | 0.0004 | 0.0009 | 0.0008 | 0.0001 | 0 | 0 | <0.005 | 0.0007 |  |
| Rh | 0.0001 | 0.0002 | 0.0004 | 0.0006 | 0.0004 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0002 |  |
| Pd | 0.0001 | 0.0004 | 0.0009 | 0.0008 | 0.0009 | 0 | 0 | <0.005 | 0.0004 |  |
| Ag | 0.0008 | 0.0001 | 0.0006 | 0.0002 | 0.0001 | 0 | 0 | <0.005 | 0.0003 |  |
| Cd | 0.0147 | 0.0048 | 0.0124 | 0.0321 | 0.0256 | 0 | 0 | <0.05 | 0.0125 |  |
| In | 0.0048 | 0.0054 | 0.0026 | 0.0014 | 0.0021 | 0.0046 | 0.0012 | <0.01 | 0.0017 |  |
| Sn | 0.0019 | 0.0009 | 0.0003 | 0.0002 | 0.0001 | 0 | 0 | <0.005 | 0.0007 |  |
| Sb | 0.0004 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0003 | 0.0009 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0003 |  |
| Te | 0.001 | 0.0004 | 0.0009 | 0.0014 | 0.0012 | 0 | 0 | <0.005 | 0.0006 |  |
| I | 0.0001 | 0.0002 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0001 |  |
| Cs | 0.0003 | 0.0001 | 0.0006 | 0.0002 | 0 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0002 |  |
| Ba | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0002 | 0 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0002 |  |
| La | 0.0003 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0001 |  |
| Ce | 0.0005 | 0.0004 | 0.0002 | 0.0001 | 0 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0002 |  |
| Pr | 0.0002 | 0.0002 | 0.0009 | 0.0001 | 0 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0003 |  |
| Nd | 0.0011 | 0.0027 | 0.0016 | 0.0002 | 0 | 0 | 0 | <0.005 | 0.0011 |  |
| Sm | 0.0004 | 0.0001 | 0.0004 | 0.0003 | 0 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0002 |  |
| Eu | 0.0001 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0001 |  |
| Gd | 0.0006 | 0.0007 | 0.0005 | 0.0004 | 0 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0003 |  |
| Tb | 0.0009 | 0.0001 | 0.0008 | 0.0007 | 0 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0004 |  |
| Dy | 0.0006 | 0.0007 | 0.0008 | 0.0004 | 0 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0004 |  |
| Ho | 0.0002 | 0.0002 | 0.0003 | 0.0001 | 0 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0001 |  |
| Er | 0.0005 | 0.0004 | 0.0004 | 0.0003 | 0 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0002 |  |
| Tm | 0.0003 | 0.0005 | 0.0001 | 0.0002 | 0 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0002 |  |
| Yb | 0.0007 | 0.0005 | 0.0006 | 0.0003 | 0 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0003 |  |
| Lu | 0.0002 | 0.0003 | 0.0001 | 0.0002 | 0 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0001 |  |
| Hf | 0.0006 | 0.0004 | 0.0002 | 0.0003 | 0 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0002 |  |
| Ta | 0.089 | 0.0944 | 0.0791 | 0.0845 | 0.0741 | 0.0659 | 0.0841 |  | 0.0095 |  |
| W | 0.0004 | 0.0008 | 0.0004 | 0.0003 | 0.0002 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0003 |  |
| Re | 0.0003 | 0.0004 | 0.0001 | 0.0003 | 0.0003 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0002 |  |
| Os | 0.0002 | 0.0001 | 0.0002 | 0.0003 | 0.0004 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0001 |  |
| Ir | 0.0009 | 0.0003 | 0.002 | 0.0003 | 0.0006 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0007 |  |
| Pt | 0.0005 | 0.0002 | 0.0001 | 0.001 | 0.0008 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0004 |  |
| Au | 0.0118 | 0.0135 | 0.0146 | 0.0156 | 0.0178 | 0.0123 | 0.0152 | <0.02 | 0.0021 |  |
| Hg | 0.0009 | 0.0008 | 0.0007 | 0.0006 | 0.0006 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0004 |  |
| Tl | 0.0001 | 0.0009 | 0.0008 | 0.0005 | 0.0005 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0004 |  |
| Pb | 0.0006 | 0.0008 | 0.0003 | 0.0009 | 0.0003 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0004 |  |
| Bi | 0.0005 | 0.0002 | 0.0003 | 0.0005 | 0.0006 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0002 |  |
| Th | 0.0002 | 0.0001 | 0.0003 | 0.0001 | 0.0002 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0001 |  |
| U | 0.0005 | 0.0004 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0002 | 0 | 0 | <0.001 | 0.0002 |  |

5、各验证单位的数据分析

5.1 因为除硅及干扰元素砷以外，其他所有元素的检测数据均 <0.05，所以在精密度上不对其他元素进行统计。

5.2 硅的检测数据的精密度统计见下表9

表9 各验证单位硅精密度统计

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 峨眉半导体 | 云南驰宏锗业 | 国标（北京）检验认证有限公司 | 先导公司 | 安徽光智 | 平均值 | SD | RSD/% |
| GeHP20-1 | 1.6 | 2.0 | 2.06 | 1.85 | 1.73 | 1.845 | 0.169 | 9.2 |
| GeHP20-2 | 1.2 | 1.3 | 1.22 | 0.869 | 0.783 | 1.07 | 0.232 | 22 |
| GeHP20-3 | 0.23 | 0.63 | 0.331 | 0.217 | 0.237 | 0.329 | 0.174 | 53 |

从以上精密度统计来看，符合要求。