

土壤和底泥中元素濃度快速篩選方法 — 攜帶式 X-射線螢光光譜儀分析法

中華民國 95 年 1 月 18 日環署檢字第 0950006426 號公告
自中華民國 95 年 4 月 15 日起實施
NIEA S322.60C

一、方法概要

本方法係使用攜帶式 X-射線螢光光譜儀 (Field portable X-ray fluorescence, 以下簡稱 FPXRF) 來分析並推估土壤和底泥中元素濃度。其檢測原理是利用放射源照射樣品後所放射出之螢光，經過偵測器的端視窗並轉換成電子訊號傳輸至偵測器，再經由多頻道分析器 (MCA) 所收集到之各元素脈衝振幅，以分析及半定量樣品中元素濃度初估值。

二、適用範圍

- (一) 本方法僅提供在現場快速篩選土壤及底泥中元素種類及濃度初估值，有關土壤和底泥中重金屬之相關檢測方法，可參考「重金屬檢測總則 (NIEA M103)」、「土壤中重金屬檢測方法—王水消化法 (NIEA S321)」、「土壤、固體或半固體廢棄物中總汞檢測方法—冷蒸氣原子吸收光譜法 (NIEA M317)」及「土壤中砷檢測方法—砷化氫原子吸收光譜法 (NIEA S310)」。
- (二) FPXRF 其操作方式有兩種，一種是現場 (In situ) 直接檢測，另一種則是樣品採集後再放置在樣品承裝器中檢測 (Intrusive)。若 FPXRF 操作條件設定在現場直接檢測位置時，則探針 (Probe) 視窗需直接接觸到土壤表面進行檢測；若操作條件是設定在樣品採集後再行檢測之位置時，則樣品需先置放在樣品承裝器中，以塑膠膜遮蓋後再行分析。
- (三) 表一所列為本方法檢測土壤和底泥中 26 種金屬元素之偵測限值。有些常見的元素沒有被列在表一中，因為它們是屬於“輕 (Light)”的元素，無法使用 FPXRF 來分析，這些元素包括鋰、鈹、鈉、鎂、鋁、矽和磷。一般原子序在 16 以上的元素皆可使用 FPXRF 儀器來檢測和定量。但表一所列之元素中有少數元素因受樣品基質內元素之干擾效應，而影響到待測物的定量結果。
- (四) 本方法的方法偵測限值、靈敏度 (Sensitivity) 與適當的分析濃度範圍，會隨樣品的基質和 FPXRF 的機型 (如廠牌、儀器特性、偵測

器電子放大的訊號等)而改變。表一提供無基質干擾時各元素之偵測限值的參考。偵測限值必須依據樣品基質的型態、前處理及測定方法之不同而作實際量測。

- (五) 本方法因涉及複雜基質樣品之檢測工作，故在使用本方法時，分析人員必須充分瞭解光譜量測技術，並有能力解決不同形式之化學及物理干擾問題。
- (六) 檢測人員在檢測前應接受適當的儀器安全操作和完整的輻射防護訓練，有關放射線安全性操作步驟應在儀器的操作使用手冊內仔細說明清楚。使用人員應了解輻射並符合我國輻射相關法規規定，並取得由政府核發之特定放射儀器之操作執照。

三、干擾

FPXRF 分析時之整體方法誤差來源包括儀器精密度和與使用者有關所產生的誤差。其中儀器精密度的誤差來源影響較小，而與使用者有關所產生之誤差影響較大，且此種誤差會隨著每個場址及所使用之方法而改變。有些干擾因子可由分析人員來控制並降到最小，有些干擾因子則無法由分析人員來控制。以下將列出各種可能之干擾因子供分析人員參考使用：

- (一) 物理性的基質干擾：此類誤差為樣品物理特性的變化所引起的，這些變化參數包括粒徑大小、樣品均勻性、一致性及表面狀態。降低此類干擾方式為磨碎、過篩及充分混合所有土壤樣品。
- (二) 水份含量：當水份含量於 5% 至 20% 之間時，水份含量所造成之誤差影響較小。當土壤和底泥樣品表面含有飽和含水量時，水份含量將會是一個主要誤差來源，降低此類誤差來源為烘乾樣品，樣品的乾燥方式可使用對流式 (Convection) 或傳統式的烘箱，但微波乾燥方式 (Microwave drying) 在此不被建議使用，因為樣品中的金屬碎片會產生電弧 (Arcing) 而增加分析時的變數。
- (三) 樣品檢測位置：樣品置放在探針端視窗前的位置不一致也會產生誤差，降低此類誤差的方式係將每個樣品放置在與探針端視窗距離相同之處，最好方式是將探針端視窗直接接觸到樣品，但此時樣品表面必需是平坦且平滑以提供良好接觸面。
- (四) 化學性基質的干擾：此類誤差為干擾元素間濃度的差異所引起的，

這些干擾因子包括光譜干擾(波峰重疊)或 X-射線吸收 (Absorption) 和加強 (Enhancement) 現象等。如鐵會吸收銅的 X-射線，因而降低了銅被偵測的強度，而鉻則會加強鐵被偵測的強度，因為鉻的激發能量稍微低於鐵放射螢光所需能量。此類干擾因子可藉由使用基本參數 (Fundamental parameter, FP) 之數學方式來校正，或使用現場場址特性校正標準品 (Site specific calibration standard, SSCS) 來校正之，以降低化學基質干擾因子。

- (五) 光譜重疊干擾：當樣品中不同元素之 X-射線其能量非常接近時，會造成嚴重光譜重疊干擾。降低此類干擾方式將視儀器偵測器對這兩個不同波峰之能量解析程度而定，假定這兩個不同波峰之能量差小於偵測器解析度，則偵測器將無法完全解析這兩個波峰。
- (六) K/L、K/M 和 L/M 射線重疊：這類重疊現象如砷的 K_{α} 和鉛的 L_{α} 、硫的 K_{α} 和鉛的 M_{α} 。在砷和鉛的例子中，鉛可由測量 L_{β} 射線，砷可由測量 K_{α} 射線或 K_{β} 射線的方式來修正干擾情形，或使用儀器內軟體扣除干擾之數學式子來修正。然而，因為以數學式子來修正的方式有限，在鉛/砷比率是 10:1 或更高時，則本方法不適用。
- (七) 環境溫度：環境溫度的改變會影響到放大器 (Amplifiers) 的增益 (Gain) 而產生儀器訊號漂移 (Drift)，因此若 FPXRF 儀器有內建自動增益控制閥之功能，則操作者將不需要調整儀器的增益，除非有錯誤訊息出現。若儀器沒有內建自動增益控制閥之功能，則溫度變化差異在超過 10 到 20°F (5.5°C 到 11°C) 時建議應執行增益查核步驟。

四、設備與材料

(一) FPXRF 光譜儀：

一般而言 FPXRF 光譜儀應至少包含四個主要組件，以下針對各組件作一概述：

- 1.X-射線放射源：產生 X-射線的放射源，如以放射性同位素放射源(如 Fe-55、Cd-109、Am-241 或 Cm-244 等) 或以 X-射線管 (以高電壓加速電子撞擊陽極靶材如銅、鉬或銀等產生電子激發) 當作 X-射線的放射源。
- 2.樣品承接裝置：現場直接檢測或以樣品採集後再放置在樣品承裝器中

分析。

3.X-射線偵測器：包括固態式偵測器或氣體填充式比例計數偵測器等。固態式偵測器包括碘化汞 (HgI_2)、矽汞和鋰矽 $\text{Si}(\text{Li})$ ，碘化汞 (HgI_2) 偵測器可使用低功率熱電式冷卻裝置來控制操作溫度在低於室溫下，矽汞偵測器也可經由熱電式 Peltier 效應來冷卻之，而鋰矽偵測器則必需被冷卻至最少 -90°C ，其冷卻方式可使用液態氮或經由熱電式 Peltier 效應來冷卻之。

4.數據處理系統：包括測量脈衝振幅之多頻路分析儀 (MCA)，可將訊號處理成 X-射線能量光譜，然後再計算出樣品中元素濃度的分析儀，及分析數據顯示和儲存系統。

(二) 備用電池或充電器。

(三) 聚乙烯 (Polyethylene, PE) 製樣品承裝器：直徑 31 mm 到 40 mm，有軸環或同級品(適用在 FPXRF 儀器)。

(四) X-射線端視窗上用之薄膜：MylarTM、KaptonTM、SpectroleneTM、Polypropylene 或同級品；厚度 2.5 至 6.0 μm 。

(五) 研鉢和碾槌：玻璃，瑪瑙，或氧化鋁材質，用來磨碎土壤和底泥樣品。

(六) 樣品瓶：玻璃或塑膠製品，用來貯存樣品。

(七) 篩網：60 篩目 (0.25 mm)，不鏽鋼，尼龍或同級品，用來製備土壤和底泥樣品。

(八) 小鏟子：用來弄平土壤表面及採集土壤樣品用。

(九) 塑膠袋：承裝土壤及混合土壤使之均勻化。

(十) 烘箱：烘乾土壤和底泥樣品用的烘箱或烤箱。

五、試劑

(一) 單一元素標準品：由儀器製造商提供。

(二) 場址特性校正標準品 (SSCS, Site specific calibration standard)：購買具代表之現場場址特性之標準樣品，經過篩、烘乾、均勻化等樣

品製備步驟，儲存等待分析。

- (三) 空白樣品：乾淨石英砂或二氧化矽基質的砂，且分析物的濃度應在偵測限值之下。
- (四) 標準參考物質：購買市售經確認金屬含量的土壤或底泥之標準參考物質 (SRM)，例如編號 NIST 2704、2709、2710、2711 等 SRMs 樣品。

六、採樣及保存

樣品採集均須依照採樣方法執行與保存，參考公告之「事業廢棄物檢測方法總則 (NIEA R101)」、「土壤檢測方法總則 (NIEA S103)」及「重金屬檢測方法總則 (NIEA M130)」等方法。

七、步驟

- (一) 儀器校正：樣品分析前需執行儀器校正步驟，其校正步驟包括：基本參數 (Fundamental parameter, FP) 校正、實驗校正 (Empirical calibration) 和康普頓常態化校正方法 (Compton normalization calibration)。有關校正方法請依各儀器操作說明校正，以下將簡述校正方式：

1. FP 校正：FP 校正包括有效能量 FP 校正 (Effective energy fundamental parameter calibration)、BFP 校正 (Backscatter fundamental parameter calibration) 兩種，一般 FP 校正步驟是以一個不同的反複計算方法為基礎，其校正步驟皆詳述在儀器的操作使用手冊內。以下將分別說明「有效能量 FP 校正」和「BFP 校正」。

- (1) 有效能量 FP 校正：有效能量 FP 校正可由儀器廠商於送達使用者之前執行之，或由分析者以單一元素標準品或 SRMs 標準品之光譜感度和以 FP 反複計算結果，來校正 FPXRF 儀器之分析參數，以補償各種基質效應之干擾。有效能量 FP 校正曲線應每個工作天樣品開始分析前確認之，及每分析 20 個樣品後，和樣品採集結束時皆必需執行有效能量 FP 校正。其確認方式是分析 SRMs 標準參考物質或具代表現場特性之校正標準樣品 (SSCS)，及由儀器建議之每個射源計數時間作為校正查核用，在校正查核後分析者必需調整校正曲線的 Y 截距和斜率使之能符合待測物在 SRM 或 SSCS 內之已知濃度。

(2) BFP 校正：BFP 校正步驟詳細說明在儀器使用手冊內，其校正步驟是使用已確認元素之 SRMs 標準參考物質或已確認濃度之 SSCS 來作為 BFP 校正用，並由分析結果來計算校正因子以調整元素間的光譜重疊現象。BFP 校正曲線應每個工作天樣品開始分析前確認之，及每分析 20 個樣品後，和樣品分析結束時皆必需執行 BFP 校正。其確認方式是分析 SRMs 標準參考物質或具代表現場特性之校正標準樣品(SSCS)，及使用儀器建議之每個射源計數時間來分析標準樣品以查核校正曲線，在 BFP 校正後分析者必需調整校正曲線的 Y 截距和斜率使之能符合待測物在 SRMs 或 SSCS 內之已知濃度。

2. 實驗校正：實驗校正可使用具代表現場特性之校正標準樣品(SSCS)，或由金屬氧化物製備之標準品，或由購買已配製好已知濃度之標準品校正之。實驗校正第一步驟是分析單一元素標準品，用以設定儀器上之每個元素分析頻道以降低光譜迴旋現象，然後再以 SSCS 等具代表性場址之標準品，使用每個射源 200 秒之計數時間或依儀器之建議計數時間來分析，由分析結果所顯示之每個標準品中每個待測元素之光譜圖和最終強度，輸入每個標準品中之每個待測元素的濃度至電腦軟體內，再由儀器分析值對相當強度作回歸計算，及以回歸方程式計算分析物濃度。

3. 康普頓常態化校正方法：可使用基質類似且待測物濃度靠近樣品濃度範圍之 NIST SRM 2710 或 2711 標準品來校正，以 SRMs 的康普頓 K_{α} 波峰強度經基線校正後除以 SRMs 標準品濃度而得到常態化因子，及測定出每一個分析物的感度因子，再由分析物之訊號強度經由基線校正後乘以常態化因子和感度因子而計算出樣品中分析物濃度，這些計算將視 FPXRF 儀器之使用而定，可能由人工來作或由儀器軟體來執行。

(二) 儀器校正後即可設定分析條件及開始進行樣品分析工作。

(三) FPXRF 儀器有兩種操作方式，現場直接檢測或將樣品採集後放置在樣品承裝器再行檢測等兩種操作方式。由於各廠牌的儀器的設計及其性能及操作均不盡相同，因此，分析人員必須針對其所使用之儀器的各項性能參數，如每一個分析元素之不同譜線的分析靈敏度、儀器偵測限值、方法偵測限值、精密度、線性濃度範圍和所有可能的干擾效應等，進行探討並建立相關的文件資料（註）。以下僅將 FPXRF 操作方式概述之：

1. 現場直接檢測分析：

- (1) 在分析前 FPXRF 儀器需暖機 15 至 30 分鐘。
- (2) 當待測樣品的水分含量若大於 20% 時，則建議使用步驟七、(三) 2 操作。
- (3) 先將土壤表面之石礫、雜物等物質移走。
- (4) 土壤表面應該盡量平坦，以便探針端的視窗有較佳表面接觸，此外建議壓緊土壤以增加土壤的緊密度，以得到較好的重複分析和代表性。
- (5) 檢測時射源計數時間通常是使用 30 至 120 秒，但射源計數時間會隨儀器不同而改變，和依偵測限值之需求而定，請依儀器使用手冊之說明操作。

2. 樣品採集後再放置在樣品承裝器分析：

- (1) 分析前儀器需暖機 15 至 30 分鐘。
- (2) 先採集長和寬為 10 乘 10 平方公分及 3 公分深之樣品。
- (3) 將樣品內的石礫由土壤中移走。
- (4) 若樣品是屬於含有水分和高黏土成分時，可將樣品置放在塑膠袋中揉捏使之均勻化。
- (5) 於 150°C 烘箱乾燥 2 至 4 小時。
- (6) 以研鉢和碾槌磨碎土壤或底泥樣品。
- (7) 以 60 篩目的篩網過篩，樣品應連續研磨至最少 90% 以上樣品通過 60 篩目之篩網。
- (8) 將過篩後樣品混合均勻。
- (9) 取適量過篩後樣品放置在 31 mm 的聚乙烯樣品承裝器內，以 2.5 μm 的聚酯薄膜 (Mylar) 蓋住樣品承裝器，等待分析。
- (10) 此外土壤表面應該盡量平坦，以便探針端的視窗有較佳表面接觸，建議壓緊土壤以增加土壤的緊密度，以得到較好的重複分析

和代表性。

- (11) 檢測時射源計數時間通常是使用 30 至 120 秒，但射源計數時間會隨儀器不同而改變，和依偵測限值之需求而定，請依儀器使用手冊之說明操作。

八、結果處理

- (一) 由儀器讀出元素濃度值；單位的表示除非另有規定，否則皆使用國際單位系統 (SI) 表示，樣品之分析結果通常以 mg/kg 或以 ppm 為表示單位。
- (二) 如果濃度低於方法偵測限值時，須以無法偵測 (Not detected, N.D.) 表示，並註明方法偵測限值。有關偵測限值的測定方式請參考九、(六) 之現場偵測限值說明計算。

九、品質管制：

- (一) FPXRF 儀器應有軟體可儲存所有分析結果和光譜，且有所品管數據亦應加以保存以利日後參考或查閱。
- (二) 能量校正查核：為確認 FPXRF 儀器操作的解析度及穩定度是否在可容許範圍內，應執行能量校正查核。能量校正查核頻率應該與儀器所提供之建議一致，於每個工作天開始使用儀器時，或在更換電池後及每個工作天結束時儀器被關掉前，與在任何時間當儀器操作者發現在分析時有漂移現象時皆需要作能量校正查核工作。查核方式可使用單一元素如鐵、錳、銅、鉛及依儀器所建議的每個射源計數時間來作為能量校正查核用。
- (三) 空白樣品：FPXRF 分析時應分析兩種空白樣品：儀器空白和方法空白，儀器空白是用來確認光譜儀或探針的端視窗是否有被污染，方法空白是用來監測實驗室是否受污染或干擾。
1. 儀器空白：可使用二氧化矽、鐵氟龍塊材、石英塊材、無待測污染物乾淨的砂或碳酸鋰等來執行儀器空白分析。儀器空白應在每個工作天分析前和樣品分析後執行，或每分析二十個樣品及當分析者懷疑有被污染時皆需執行儀器空白分析。如空白分析濃度超過方法偵測限值，則檢查污染來源是否來自探針端視窗和查核樣品，假如污染來源排除上述所示或儀器等問題，則需依據儀器操作說明來執行”

歸零”步驟。

2. 方法空白：可使用無待測污染物乾淨的砂或碳酸鋰經過與樣品相同之製備步驟後來作方法空白分析，方法空白分析至少應每天分析一次，且分析結果分析物之濃度應在偵測限值之下。

(四) 校正確認查核：可使用校正確認查核樣品來檢查儀器的準確性和評估待測物分析時的穩定性和一致性，這個校正確認查核樣品應該在每個工作天開始分析前、真實樣品分析期間和每個工作天分析完成時皆需執行校正確認查核樣品分析。以 NIST 或其他 SRM 來執行校正確認查核時，可接受範圍為測量值在真值的相對誤差值 (%D) 應在 $\pm 20\%$ ，假如測量值是落在這個範圍外，則查核樣品應重新分析。若測量值連續落在可接受範圍外，則儀器應該被重新校正。

計算相對誤差值的方程式如下：

$$\%D = ((C_s - C_k) / C_k) \times 100$$

其中 %D = 相對誤差值

 C_k = 標準樣品確認濃度

 C_s = 標準樣品測試濃度

(五) 精密度檢測：以低、中或高濃度待測物樣品之分析來測定方法之精密度，其檢測頻率最少每天應檢測一個精密度樣品，每個精密度樣品應該被重複分析 7 次。精密度檢測檢測時應選用各種不同濃度範圍之樣品，以便評估濃度對方法精密度之影響，精密度樣品檢測時之儀器分析時間應與現場分析時間相同，精密度檢測結果除了鉻以外，其餘元素 RSD 應 $\leq 20\%$ ，且鉻的 RSD 應 $\leq 30\%$ 。

計算 RSD 的方式如下：

$$RSD\% = (SD / A) \times 100$$

其中 RSD% = 分析物精密度測試之相對標準偏差

 SD = 分析物濃度的標準偏差

 A = 分析物的平均濃度

(六) 具現場特性樣品之方法偵測限值：現場方法偵測限値之測試方式是選擇具有場址特性之金屬濃度範圍在 2 至 5 倍方法偵測限値之土壤樣品，經過 10 次重複測試後收集測試結果，以此 10 次重複測試結

果計算標準偏差，以此標準偏差來定義現場方法偵測限值為每個分析物之 3 倍標準偏差。其可用來評估每一個檢測的可使用性，若檢測結果在儀器所提供之偵測限值以上，但小於 3 倍的標準偏差 (SD) (即方法偵測限值)，則不可使用來作為定量檢測，有關具現場特性之樣品之方法偵測限值如表二所示。

- (七) 重複分析：同一批次或 20 個樣品做一次重複分析，若同時有不同基質的樣品時，每種基質的樣品均需進行重複分析，相對差異百分比應小於 20%。

十、精密度與準確度

精密度與準確度檢測結果如表三 ~ 表五。

十一、參考資料

U.S.EPA, Test Methods for Evaluating Solid Waste, Method 6200, January 1998.

註：有關場址之樣品特性的評估，應於現場採樣篩選計畫中先採集一個具代表性的樣品先以七、步驟(三)2 了解場址之樣品特性後，再以七、步驟(三)1 作篩選檢測分析。

表一 無基質干擾時各元素之偵測限值

分析物	化學摘要系列號碼	在石英砂之偵測限值： mg/kg
銻(Sb)	7440-36-0	40
砷(As)	7440-38-0	40
鋇(Ba)	7440-39-3	20
鎘(Cd)	7440-43-9	100
鈣(Ca)	7440-70-2	70
鉻(Cr)	7440-47-3	150
鈷(Co)	7440-48-4	60
銅(Cu)	7440-50-8	50
鐵(Fe)	7439-89-6	60
鉛(Pb)	7439-92-1	20
錳(Mn)	7439-96-5	70
汞(Hg)	7439-97-6	30
鉬(Mo)	7439-93-7	10
鎳(Ni)	7440-02-0	50
鉀(K)	7440-09-7	200
銣(Rb)	7440-17-7	10
硒(Se)	7782-49-2	40
銀(Ag)	7440-22-4	70
鋇(Sr)	7440-24-6	10
鉍(Tl)	7440-28-0	20
釷(Th)	7440-29-1	10
錫(Sn)	7440-31-5	60
鈦(Ti)	7440-32-6	50
釩(V)	7440-62-2	50
鋅(Zn)	7440-66-6	50
鋯(Zr)	7440-67-7	10

資料來源：參見參考資料。

表二 具現場特性樣品不同儀器檢測結果之方法偵測限值 (mg/kg)^a

分析物	儀器名稱					
	TN 9000	TN 鉛分析儀	X-MET 920 (SiLi 偵測器)	X-MET 920 (氣體充填式偵測器)	XL 光譜分析儀	MAP 光譜分析儀
銻	55	NR	NR	NR	NR	NR
砷	60	50	55	50	110	225
鋇	60	NR	30	400	NR	NR
鉻	200	460	210	110	900	NR
鈷	330	NR	NR	NR	NR	NR
銅	85	115	75	100	125	525
鉛	45	40	45	100	75	165
錳	240	340	NR	NR	NR	NR
鉬	25	NR	NR	NR	30	NR
鎳	100	NR	NA	NA	NA	NR
銩	30	NR	NR	NR	45	NR
鋇	35	NR	NR	NR	40	NR
錫	85	NR	NR	NR	NR	NR
鋅	80	95	70	NA	110	NA
鋇	40	NR	NR	NR	25	NR

資料來源：參見參考資料。

a：方法偵測限值是與整個計數數目有關，本表所使用之計數時間見參考資料所示。

NR：無數據 (Not reported)。

NA：不適用 (Not applicable)，測值小於方法偵測限值。

表三 不同儀器檢測結果之精密度

分析物	每一種儀器之平均相對標準偏差 (RSD%) (在 5 至 10 倍 MDL 濃度)					
	TN 9000	TN 鉛分析儀	X-MET 920 (SiLi 偵測器)	X-MET 920 (氣體充填式偵測器)	XL 光譜分析儀	MAP 光譜分析儀
銻	6.54	NR	NR	NR	NR	NR
砷	5.33	4.11	3.23	1.91	12.47	6.68
鉍	4.02	NR	3.31	5.91	NR	NR
鎘	29.84 ^a	NR	24.80 ^a	NR	NR	NR
鈣	2.16	NR	NR	NR	NR	NR
鉻	22.25	25.78	22.72	3.91	30.25	NR
鈷	33.90	NR	NR	NR	NR	NR
銅	7.03	9.11	8.49	9.12	12.77	14.86
鐵	1.78	1.67	1.55	NR	2.30	NR
鉛	6.45	5.93	5.05	7.56	6.97	12.16
錳	27.04	24.75	NR	NR	NR	NR
鉬	6.95	NR	NR	NR	12.60	NR
鎳	30.85 ^a	NR	24.92 ^a	20.92 ^a	NA	NR
鉀	3.90	NR	NR	NR	NR	NR
銩	13.06	NR	NR	NR	32.69 ^a	NR
鋇	4.28	NR	NR	NR	8.86	NR
錫	24.32 ^a	NR	NR	NR	NR	NR
鈦	4.87	NR	NR	NR	NR	NR
鋅	7.27	7.48	4.26	2.28	10.95	0.83
鋁	3.58	NR	NR	NR	6.49	NR

資料來源：參見參考資料。

a：這些值的變異較高，分析物在土壤樣品中的濃度是接近特定 FPXRF 儀器的偵測限值。

NR：無數據 (Not reported)。

NA：不適用 (Not applicable)，測值小於方法偵測限值。

表四 不同樣品製備方式檢測結果之精密度

分析物	每一種樣品製備方法之平均相對標準偏差 (RSD%)		
	現場直接檢測	樣品放置在樣品承裝器中檢測--沒有烘乾和研磨	樣品放置在樣品承裝器中檢測--有烘乾和研磨
銻	30.1	15.0	14.4
砷	22.5	5.36	3.76
鉍	17.3	3.38	2.90
鎘 ^a	41.2	30.8	28.3
鈣	17.5	1.68	1.24
鉻	17.6	28.5	21.9
鈷	28.4	31.1	28.4
銅	26.4	10.2	7.90
鐵	10.3	1.67	1.57
鉛	25.1	8.55	6.03
錳	40.5	12.3	13.0
汞	ND	ND	ND
鉬	21.6	20.1	19.2
鎳 ^a	29.8	20.4	18.2
鉀	18.6	3.04	2.57
銩	29.8	16.2	18.9
硒	ND	20.2	19.5
銀 ^a	31.9	31.0	29.2
鋇	15.2	3.38	3.98
鉈	39.0	16.0	19.5
鈳	NR	NR	NR
錫	ND	14.1	15.3
鈦	13.3	4.15	3.74
釩	NR	NR	NR
鋅	26.6	13.3	11.1
鋇	20.2	5.63	5.18

資料來源：參見參考資料。

a：這些值的變異較高，分析物在土壤樣品中的濃度是靠近偵測限值。

ND：未檢出 (Not detected)。

NR：無數據 (Not reported)。

表五 不同儀器檢測結果之準確度

分析物	儀器名稱															
	TN 9000				TN 鉛分析儀				X-MET 920 (SiLi 偵測器)				XL 光譜分析儀			
	n	回收率範圍%	平均回收率%	標準偏差 (SD)	n	回收率範圍%	平均回收率%	標準偏差 (SD)	n	回收率範圍%	平均回收率%	標準偏差 (SD)	n	回收率範圍%	平均回收率%	標準偏差 (SD)
銻	2	100-149	124.3	NA	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
砷	5	68-115	92.8	17.3	5	44-105	83.4	23.2	4	9.7-91	47.7	39.7	5	38-535	189.8	206
鉍	9	98-198	135.3	36.9	--	--	--	--	9	18-848	168.2	262	--	--	--	--
鎘	2	99-129	114.3	NA	--	--	--	--	6	81-202	110.5	45.7	--	--	--	--
鉻	2	99-178	138.4	NA	--	--	--	--	7	22-273	143.1	93.8	3	98-625	279.2	300
銅	8	61-140	95.0	28.8	6	38-107	79.1	27.0	11	10-210	111.8	72.1	8	95-480	203.0	147
鐵	6	78-155	103.7	26.1	6	89-159	102.3	28.6	6	48-94	80.4	16.2	6	26-187	108.6	52.9
鉛	11	66-138	98.9	19.2	11	68-131	97.4	18.4	12	23-94	72.7	20.9	13	80-234	107.3	39.9
錳	4	81-104	93.1	9.70	3	92-152	113.1	33.8	--	--	--	--	--	--	--	--
鎳	3	99-122	109.8	12.0	--	--	--	--	--	--	--	--	3	57-123	87.5	33.5
鋇	8	110-178	132.6	23.8	--	--	--	--	--	--	--	--	7	86-209	125.1	39.5
鋅	11	41-130	94.3	24.0	10	81-133	100.0	19.7	12	46-181	106.6	34.7	11	31-199	94.6	42.5

資料來源：參見參考資料。

n：包含分析物確認值之樣品數，由 FPXRF 儀器所產出之可偵測濃度。

SD：標準偏差。

NA：不適用 (Not applicable)，只有兩個分析數據，因此無法計算標準偏差。

--：無分析資料 (No data)。

表六 TN 9000^a 檢測結果之準確度

標準參考物質	砷			鋇			銅			鉛			鋅		
	確認濃度	平均濃度	回收率%	確認濃度	平均濃度	回收率%	確認濃度	平均濃度	回收率%	確認濃度	平均濃度	回收率%	確認濃度	平均濃度	回收率%
RTC CRM-021	24.8	ND	NA	586	1135	193.5	4792	2908	60.7	144742	149947	103.6	546	224	40.9
RTC CRM-020	397	429	92.5	22.3	ND	NA	753	583	77.4	5195	3444	66.3	3022	3916	129.6
BCR CRM 143R	--	--	--	--	--	--	131	105	80.5	180	206	114.8	1055	1043	99.0
BCR CRM 141	--	--	--	--	--	--	32.6	ND	NA	29.4	ND	NA	81.3	ND	NA
USGS GXR-2	25.0	ND	NA	2240	2946	131.5	76.0	106	140.2	690	742	107.6	530	596	112.4
USGS GXR-6	330	294	88.9	1300	2581	198.5	66.0	ND	NA	101	80.9	80.1	118	ND	NA
NIST 2711	105	104	99.3	726	801	110.3	114	ND	NA	1162	1172	100.9	350	333	94.9
NIST 2710	626	722	115.4	707	782	110.6	2950	2834	96.1	5532	5420	98.0	6952	6476	93.2
NIST 2709	17.7	ND	NA	968	950	98.1	34.6	ND	NA	18.9	ND	NA	106	98.5	93.0
NIST 2704	23.4	ND	NA	414	443	107.0	98.6	105	106.2	161	167	103.5	438	427	97.4
CNRC PACS-1	211	143	67.7	--	772	NA	452	302	66.9	404	332	82.3	824	611	74.2
SARM-51	--	--	--	335	466	139.1	268	373	139.2	5200	7199	138.4	2200	2676	121.6
SARM-52	--	--	--	410	527	128.5	219	193	88.1	1200	1107	92.2	264	215	81.4

資料來源：參見參考資料。

a：所有濃度皆為 mg/kg。

ND：未檢出 (Not detected)。

NA：不適用 (Not applicable)。

--：無分析資料 (No data)。

圖一 攜帶式 X-射線螢光光譜儀分析法流程圖

