



中华人民共和国国家标准

GB/T 38812.3—2020

直接还原铁 硅、锰、磷、钒、钛、铜、 铝、砷、镁、钙、钾、钠含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Direct reduced iron—Determination of silicon, manganese, phosphorus, vanadium, titanium, copper, aluminum, arsenic, magnesium, calcium, potassium and sodium content—Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method

2020-06-02 发布

2020-12-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 38812《直接还原铁》分为以下 3 个部分：

——亚铁含量的测定 三氯化铁分解重铬酸钾滴定法；

——金属铁含量的测定 三氯化铁分解重铬酸钾滴定法；

——硅、锰、磷、钒、钛、铜、铝、砷、镁、钙、钾、钠含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 38812 的第 3 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国铁矿石与直接还原铁标准化技术委员会(SAC/TC 317)归口。

本部分起草单位：武钢集团昆明钢铁股份有限公司、广西柳州钢铁集团有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人：曾海梅、张志波、肖华强、孙肖媛、高玲、陈涛、王磊、李文生、郑宁、李金柱、杨利波、王德洲、阮志勇、刘华、余轶峰。

直接还原铁 硅、锰、磷、钒、钛、铜、
铝、砷、镁、钙、钾、钠含量的测定
电感耦合等离子体原子发射光谱法

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



1 范围

GB/T 38812 的本部分规定了电感耦合等离子体原子发射光谱法测定硅、锰、磷、钒、钛、铜、铝、砷、镁、钙、钾、钠的含量。

本部分适用于直接还原铁中下列元素的测定，各元素测定范围见表 1。

表 1 元素及测定范围

分析元素	测定范围(质量分数)/%
Si	0.10~8.00
Mn	0.10~5.00
P	0.010~2.00
V	0.010~2.00
Ti	0.010~2.00
Cu	0.010~2.00
Al	0.010~2.00
As	0.010~2.00
Mg	0.010~2.00
Ca	0.010~2.00
K	0.010~2.00
Na	0.010~2.00

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶
- GB/T 12807 实验室玻璃仪器 分度吸量管
- GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管

3 原理

试料用酸溶解或用混合熔剂熔融。用电感耦合等离子体原子发射光谱仪测量出试料溶液中待测元素被激发的特征谱线强度,并通过与其基体匹配的系列校准曲线计算出待测元素在试料中的百分含量。

4 试剂及材料

在分析过程中仅使用认可的分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级及以上纯度的水。

4.1 基准纯铁

纯度在 99.99% 以上。

4.2 盐酸

ρ 约 1.19 g/mL。

4.3 硝酸

ρ 约 1.42 g/mL。

4.4 氢氟酸

ρ 约 1.15 g/mL。

4.5 高氯酸

ρ 约 1.67 g/mL。

4.6 盐酸

1+3。

4.7 混合熔剂

取 2 份无水碳酸钠与 1 份硼酸研细混匀。

4.8 硅贮备溶液

称取预先经 1 000 °C 灼烧 1 h 并置于干燥器中冷却至室温的二氧化硅(纯度在 99.99% 以上) 1.069 6 g,置于加有 3 g 无水碳酸钠的铂坩埚中,上面再覆盖 1 g~2 g 无水碳酸钠。将铂坩埚先于低温处加热,再置于 950 °C 高温处加热熔融至透明,继续加热熔融 3 min,取出,冷却,放入盛有冷水的塑料烧杯中,浸出熔块至完全溶解,取出坩埚并用水洗净,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。储存于聚四氟乙烯瓶中。此溶液为硅贮备溶液,1 000 $\mu\text{g/mL}$ 。

4.9 锰贮备溶液

称取预先除去表面氧化物的金属锰(纯度在 99.9% 以上)0.5 000 g,置于 250 mL 烧杯中,加 20 mL 盐酸(1+1),加热至溶解完全,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为锰贮备溶液,500 $\mu\text{g/mL}$ 。

4.10 磷标准溶液

4.10.1 磷贮备溶液, 1 000 $\mu\text{g/mL}$

称取预先经 105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 烘 2 h 并置于干燥器中冷却至室温的基准磷酸二氢钾 2.1968 g, 用适量水溶解, 移入 500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

4.10.2 磷标准溶液, 100 $\mu\text{g/mL}$

将 10.00 mL 磷贮备溶液(见 4.10.1)移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

4.11 钒标准溶液

4.11.1 钒贮备溶液, 1 000 $\mu\text{g/mL}$

称取预先经 105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 烘 2 h 并置于干燥器中冷却至室温的基准五氧化二钒 0.892 5 g, 置于 400 mL 烧杯中, 加入 25 mL 氢氧化钠溶液(50 g/L), 加热溶解, 用硫酸(1+1)中和至酸性并过量 40 mL, 加热蒸发至冒烟, 稍冷, 用水溶解盐类, 取下, 冷却, 移入 500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

4.11.2 钒标准溶液, 100 $\mu\text{g/mL}$

将 10.00 mL 钒贮备溶液(见 4.11.1)移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

4.12 钛标准溶液

4.12.1 钛贮备溶液, 1 000 $\mu\text{g/mL}$

称取预先经 950 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 2 h 并置于干燥器中冷却至室温的二氧化钛(纯度在 99.99% 以上) 0.834 0 g, 置于铂坩埚中, 加入 5 g~7 g 焦硫酸钾, 在 600 $^{\circ}\text{C}$ 熔融至透明, 取出, 冷却, 置于 400 mL 烧杯中, 用硫酸(5+95)浸出熔块至完全溶解, 取出坩埚并用水洗净, 冷却, 移入 500 mL 容量瓶中, 用硫酸(5+95)稀释至刻度, 摇匀。

4.12.2 钛标准溶液, 100 $\mu\text{g/mL}$

将 10.00 mL 钛贮备溶液(见 4.12.1)移入 100 mL 容量瓶中, 用硫酸(5+95)稀释至刻度, 摇匀。

4.13 铜标准溶液

4.13.1 铜贮备溶液, 1 000 $\mu\text{g/mL}$

称取金属铜(纯度在 99.99% 以上)1.000 0 g, 置于 250 mL 烧杯中, 加入 30 mL 硝酸(1+1), 盖上表面皿, 微热溶解, 煮沸至溶液清亮, 取下冷却至室温, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

4.13.2 铜标准溶液, 100 $\mu\text{g/mL}$

将 10.00 mL 铜贮备溶液(见 4.13.1)移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

4.14 铝标准溶液

4.14.1 铝贮备溶液, 1 000 $\mu\text{g/mL}$

称取金属铝(纯度在 99.99% 以上)1.000 0 g, 置于聚四氟乙烯烧杯中, 加入 30 mL 氢氧化钠溶液

(200 g/L), 水浴加热溶解, 加入 100 mL 水, 滴加盐酸(1+1)至呈酸性后过量 10 mL, 冷却, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

4.14.2 铝标准溶液, 100 $\mu\text{g/mL}$

将 10.00 mL 铝贮备溶液(见 4.14.1)移入 100 mL 容量瓶中, 加入 10 mL 盐酸(1+1), 用水稀释至刻度, 摇匀。

4.15 砷标准溶液

4.15.1 砷贮备溶液, 1 000 $\mu\text{g/mL}$

称取预先经 105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 烘 2 h 并置于干燥器中冷却至室温的基准三氧化二砷 0.132 0 g, 置于 100 mL 烧杯中, 盖上表皿, 缓慢加入 10 mL 硝酸(ρ 1.42 g/mL), 加热溶解完全, 加入 2 mL 硫酸(1+1), 缓慢加热蒸发除去大部分硝酸后, 移至高温处冒硫酸烟, 稍冷, 用水冲洗烧杯壁和表皿, 继续加热冒烟, 稍冷, 加入 10 mL 水加热溶解盐类, 冷却, 移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

4.15.2 砷标准溶液, 100 $\mu\text{g/mL}$

将 10.00 mL 砷贮备溶液(见 4.15.1)移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

4.16 镁标准溶液

4.16.1 镁贮备溶液, 1 000 $\mu\text{g/mL}$

称取预先经 850 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h 并置于干燥器中冷却至室温的氧化镁(纯度在 99.99% 以上) 1.658 2 g, 置于 300 mL 烧杯中, 盖上表皿, 加入 20 mL 盐酸(1+1), 加热至溶解完全, 取下, 冷却, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

4.16.2 镁标准溶液, 100 $\mu\text{g/mL}$

将 10.00 mL 镁贮备溶液(见 4.16.1)移入 100 mL 容量瓶中, 加入 10 mL 盐酸(1+1), 用水稀释至刻度, 摇匀。

4.17 钙标准溶液

4.17.1 钙贮备溶液, 1 000 $\mu\text{g/mL}$

称取预先经 105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 烘 2 h 并置于干燥器中冷却至室温的基准碳酸钙 2.497 2 g, 置于 300 mL 烧杯中, 加入 20 mL 水, 盖上表皿, 缓慢滴加 10 mL 盐酸(ρ 1.19 g/mL)至溶解完全, 煮沸片刻, 取下, 冷却, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

4.17.2 钙标准溶液, 100 $\mu\text{g/mL}$

将 10.00 mL 钙贮备溶液(见 4.17.1)移入 100 mL 容量瓶中, 加入 5 mL 盐酸(1+3), 用水稀释至刻度, 摇匀。

4.18 钾标准溶液

4.18.1 钾贮备溶液, 1 000 $\mu\text{g/mL}$

称取预先经 105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 烘 2 h 并置于干燥器中冷却至室温的基准氯化钾 1.906 7 g, 用适量水溶解, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 储存于塑料瓶中。

4.18.2 钾标准溶液,100 μg/mL

将 10.00 mL 钾贮备溶液(见 4.18.1)移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.19 钠标准溶液

4.19.1 钠贮备溶液,1 000 μg/mL

称取预先经 105 ℃~110 ℃烘 2 h 并置于干燥器中冷却至室温的基准氯化钠 2.5420 g,用适量水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,储存于塑料瓶中。

4.19.2 钠标准溶液,100 μg/mL

将 10.00 mL 钠贮备溶液(见 4.19.1)移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

注: 标准贮备溶液可按本部分方法配制或购买有证标准溶液。

5 仪器

5.1 单标线容量瓶、分度吸量管和单标线吸量管应分别符合 GB/T 12806、GB/T 12807 和 GB/T 12808 的规定。

5.2 分析天平,感量 0.000 1 g。

5.3 高温炉,可提供不低于 1 000 ℃的工作温度。

5.4 电感耦合等离子体原子发射光谱仪

电感耦合等离子体原子发射光谱仪应满足表 2 所规定的性能要求。试料溶液中元素浓度高于 5 000×DL 时,只需要满足 RSD 这一性能参数要求。仪器性能按照附录 A 的方法进行。

表 2 仪器性能参数

元素	DL/(μg/mL)	BEC/(μg/mL)	RSD/%
Si	≤0.05	≤0.5	≤1.0
Mn	≤0.05	≤0.5	≤1.0
P	≤0.05	≤0.5	≤1.0
V	≤0.05	≤0.5	≤1.0
Ti	≤0.05	≤0.5	≤1.0
Cu	≤0.05	≤0.5	≤1.0
Al	≤0.05	≤0.5	≤1.0
As	≤0.05	≤0.5	≤1.0
Mg	≤0.05	≤0.5	≤1.0
Ca	≤0.05	≤0.5	≤1.0
K	≤0.05	≤0.5	≤1.0
Na	≤0.05	≤0.5	≤1.0

表 3 列出了推荐的分析谱线,这些谱线不受基体元素明显干扰。本方法不对分析谱线作出限制性的规定,也可采用其他分析谱线。在采用这些分析谱线(包括推荐分析谱线)之前,应仔细评价光谱干

扰、背景和离子化,如果不能满足建议的性能参数,表明可能有干扰。

表 3 推荐的分析谱线

元素	波长/nm
Si	251.612 或 288.158
Mn	257.610 或 293.930
P	178.280 ^a 或 185.943 或 213.618 ^b
V	309.311 或 311.071
Ti	334.941 或 323.452 或 337.280
Cu	324.754 或 327.396
Al	394.409 或 396.152
As	189.042 或 228.812
Mg	279.553 或 279.079 或 285.213
Ca	315.887 或 317.933 或 393.366
K	766.490
Na	589.592
^a 必要时检查和校准 Mn 干扰。	
^b 必要时检查和校准 Cu 干扰。	

6 取样和制样

按 GB/T 24239 的规定进行取样和制样。

7 分析步骤

7.1 测定次数

对同一试样至少独立测定两次。

注：“独立”是指再次及后续任何一次测定结果不受前面测定结果的影响。本分析方法中,此条件意味着在同一实验室,由同一操作员使用相同的设备、按相同的测试方法,在短时间内对同一被测对象独立进行重复测定,包括采用适当的再校准。

7.2 试料量

称取 0.50 g 试料,精确至 0.000 1 g。

7.3 空白试验

随同试料以基准纯铁(见 4.1)做空白试验。

7.4 试料溶液的制备

7.4.1 测定锰、磷、砷、钾、钠、铜的试料溶液的制备

将试料(见 7.2)置于 200 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 20 mL 盐酸(见 4.2)、5 mL 硝酸(见 4.3)、1 mL 氢氟酸(见 4.4)于电炉上低温加热溶解,加入 5 mL 高氯酸(见 4.5),缓慢蒸发除去大部分硝酸后,

移至高温处冒高氯酸烟至近干,稍冷,加少量水和 10 mL 盐酸(见 4.6),加热溶解盐类,冷却至室温,将溶液移入 250 mL 容量瓶中,用水洗涤烧杯 3 次~5 次,用水稀释至刻度,摇匀。干过滤。

7.4.2 测定钙、镁、铝、硅、钛、钒的试料溶液的制备

将试料(见 7.2)置于预先加有 3 g 混合熔剂(见 4.7)的定量滤纸上,混合均匀后包成球状,置于预先垫有石墨的刚玉坩埚中,放置于 900 ℃±15 ℃高温炉中,熔融 15 min,取出冷却,熔块放入预先加有 100 mL 盐酸(见 4.6)的烧杯中,搅拌至熔块完全溶解,将溶液过滤于 250 mL 容量瓶中,用水洗涤烧杯及滤纸 3 次~5 次,用水稀释至刻度,摇匀。

注：碱熔试样使用高盐雾化器,如不用高盐雾化器应将溶液适当稀释后再测定。

7.5 推荐校准曲线溶液的制备

7.5.1 酸处理试料的校准曲线溶液的制备

分别称取 0.400 0 g 基准纯铁(见 4.1)8 份于聚四氟乙烯烧杯中,按 7.4.1 步骤将其溶解,冷却至室温,将溶液转移至 250 mL 容量瓶中,按表 4 加入被测元素的标准溶液(钾元素标准溶液需单独制备),使校准曲线覆盖被测元素的浓度范围。

表 4 制作校准曲线的标准溶液序列

元素	标准溶液序号	标液体积/mL	溶液浓度/(μg/mL)	样品质量分数/%
Mn	4.9	1.00	2.0	0.10
	4.9	5.00	10.0	0.50
	4.9	10.00	20.0	1.00
	4.9	20.00	40.0	2.00
	4.9	30.00	60.0	3.00
	4.9	40.00	80.0	4.00
	4.9	50.00	100.0	5.00
P	4.10.1	10.00	40.0	2.00
	4.10.1	7.50	30.0	1.50
	4.10.1	5.00	20.0	1.00
	4.10.1	2.50	10.0	0.50
	4.10.2	5.00	2.0	0.10
	4.10.2	2.50	1.0	0.050
	4.10.2	0.50	0.2	0.010
As	4.15.2	0.50	0.2	0.010
	4.15.2	2.50	1.0	0.050
	4.15.2	5.00	2.0	0.10
	4.15.1	2.50	10.0	0.50
	4.15.1	7.50	30.0	1.50
	4.15.1	5.00	20.0	1.00
	4.15.1	10.00	40.0	2.00

表 4 (续)

元素	标准溶液序号	标液体积/mL	溶液浓度/($\mu\text{g/mL}$)	样品质量分数/%
K	4.18.1	5.00	20.0	1.00
	4.18.1	2.50	10.0	0.50
	4.18.2	0.50	0.2	0.010
	4.18.2	5.00	2.0	0.10
	4.18.1	7.50	30.0	1.50
	4.18.2	2.50	1.0	0.050
	4.18.1	10.00	40.0	2.00
Na	4.19.1	5.00	20.0	1.00
	4.19.1	7.50	30.0	1.50
	4.19.1	10.00	40.0	2.00
	4.19.2	2.50	1.0	0.050
	4.19.2	0.50	0.2	0.010
	4.19.2	5.00	2.0	0.10
	4.19.1	2.50	10.0	0.50
Cu	4.13.1	10.00	40.0	2.00
	4.13.2	2.50	1.0	0.050
	4.13.2	5.00	2.0	0.10
	4.13.1	5.00	20.0	1.00
	4.13.1	7.50	30.0	1.50
	4.13.1	2.50	10.0	0.50
	4.13.2	0.50	0.2	0.010

7.5.2 碱处理试料的校准曲线溶液的制备

将 8 份加有 3 g 混合熔剂(见 4.7)的定量滤纸置于预先垫有石墨的刚玉坩埚中,放置于 $900\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 15\text{ }^{\circ}\text{C}$ 高温炉中,熔融 15 min,取出冷却,熔块放入预先加有 100 mL 盐酸(见 4.6)的烧杯中,搅拌至熔块完全溶解,将溶液过滤于 250 mL 容量瓶中,按表 5 加入被测元素的标准溶液,使校准曲线覆盖被测元素的浓度范围。

表 5 制作校准曲线的标准溶液序列

元素	标准溶液序号	标液体积/mL	溶液浓度/($\mu\text{g/mL}$)	样品质量分数/%
Si	4.8	0.50	2.0	0.10
	4.8	2.50	10.0	0.50
	4.8	5.00	20.0	1.00
	4.8	10.00	40.0	2.00
	4.8	20.00	80.0	4.00
	4.8	30.00	120.0	6.00
	4.8	40.00	160.0	8.00

表 5 (续)

元素	标准溶液序号	标液体积/mL	溶液浓度/($\mu\text{g/mL}$)	样品质量分数/%
Ti	4.12.1	5.00	20.0	1.00
	4.12.1	2.50	10.0	0.50
	4.12.2	0.50	0.2	0.010
	4.12.2	5.00	2.0	0.10
	4.12.1	7.50	30.0	1.50
	4.12.2	2.50	1.0	0.050
	4.12.1	10.00	40.0	2.00
V	4.11.2	0.50	0.2	0.010
	4.11.2	2.50	1.0	0.050
	4.11.2	5.00	2.0	0.10
	4.11.1	2.50	10.0	0.50
	4.11.1	7.50	30.0	1.50
	4.11.1	5.00	20.0	1.00
	4.11.1	10.00	40.0	2.00
Ca	4.17.1	5.00	20.0	1.00
	4.17.1	2.50	10.0	0.50
	4.17.2	0.50	0.2	0.010
	4.17.2	5.00	2.0	0.10
	4.17.1	7.50	30.0	1.50
	4.17.2	2.50	1.0	0.050
	4.17.1	10.00	40.0	2.00
Mg	4.16.1	5.00	20.0	1.00
	4.16.1	7.50	30.0	1.50
	4.16.1	10.00	40.0	2.00
	4.16.2	2.50	1.0	0.050
	4.16.2	0.50	0.2	0.010
	4.16.2	5.00	2.0	0.10
	4.16.1	2.50	10.0	0.50
Al	4.14.1	10.00	40.0	2.00
	4.14.2	2.50	1.0	0.050
	4.14.2	5.00	2.0	0.10
	4.14.1	5.00	20.0	1.00
	4.14.1	7.50	30.0	1.50
	4.14.1	2.50	10.0	0.50
	4.14.2	0.50	0.2	0.010

7.6 光谱仪的调节

开启光谱仪,运行 1 h 以上。

开启点火键,点火后确认仪器运行参数在确认范围内,雾化系统及等离子火焰工作正常,稳定 30 min 以上。

按照仪器操作说明选择合适的分析条件。

7.7 光谱测量

7.7.1 校准溶液光谱测量

先使用零校准溶液,然后按顺序吸入校准溶液(见 7.5),每次吸入溶液之间吸入去离子水。至少重复测量光谱强度 2 次,取两个读数的平均值。

7.7.2 试料溶液光谱测量

校准溶液光谱强度测量后,立即测量试料溶液(见 7.4),每次吸入溶液之间吸入去离子水。至少重复测量光谱强度 2 次,取两个读数的平均值。

7.8 校准曲线的绘制

以校准溶液测出的光谱强度值对被测元素的相应浓度绘制校准曲线。计算相关系数,相关系数应大于 0.999。

8 结果计算及其表示

8.1 分析结果的计算

根据测量试料溶液的强度值从校准曲线中分别计算各元素的浓度值。按式(1)计算待测元素含量 w (质量分数),数值以百分数(%)表示。

$$w = \frac{(C_1 - C_0) \times V}{m \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

w ——试料中待测元素的质量分数,%;

C_1 ——从校准曲线上查得的待测元素的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

C_0 ——从校准曲线上查得的空白试料溶液中待测元素的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——最终测定试料的体积,单位为毫升(mL);

m ——最终测定试料的质量,单位为克(g)。

8.2 分析结果的确定和表示

同一试料两次独立测定结果差值的绝对值如不大于表 6 规定的允许差,则取其算术平均值作为分析结果。如果两次独立测定结果差值的绝对值大于表 6 规定的允许差,则按附录 B 的规定追加测量次数并确定分析结果。分析结果按 GB/T 8170 修约,当分析结果不小于 0.10% 时,将数值修约到两位小数,当分析结果小于 0.10% 时,将数值修约到三位小数。

表 6 允许差

%(质量分数)

元素	含量	允许差	元素	含量	允许差
Mn	0.10~0.50	0.02	Si	0.10~0.50	0.03
	>0.50~1.00	0.03		>0.50~1.00	0.04
	>1.00~2.00	0.06		>1.00~3.00	0.07
	>2.00~3.00	0.20		>3.00~5.00	0.20
	>3.00~4.00	0.30		>5.00~7.00	0.40
	>4.00~5.00	0.40		>7.00~8.00	0.50
Ti	0.010~0.050	0.005	V	0.010~0.050	0.005
	>0.050~0.10	0.010		>0.050~0.10	0.010
	>0.10~0.50	0.02		>0.10~0.50	0.02
	>0.50~1.00	0.03		>0.50~1.00	0.03
	>1.00~1.50	0.04		>1.00~1.50	0.04
	>1.50~2.00	0.05		>1.50~2.00	0.05
As	0.010~0.050	0.005	Mg	0.010~0.050	0.005
	>0.050~0.10	0.010		>0.050~0.10	0.010
	>0.10~0.50	0.02		>0.10~0.50	0.02
	>0.50~1.00	0.03		>0.50~1.00	0.03
	>1.00~1.50	0.04		>1.00~1.50	0.04
	>1.50~2.00	0.05		>1.50~2.00	0.05
P	0.010~0.050	0.005	K	0.010~0.050	0.005
	>0.050~0.10	0.010		>0.050~0.10	0.010
	>0.10~0.50	0.02		>0.10~0.50	0.03
	>0.50~1.00	0.03		>0.50~1.00	0.05
	>1.00~1.50	0.04		>1.00~1.50	0.10
	>1.50~2.00	0.05		>1.50~2.00	0.15
Cu	0.010~0.050	0.005	Al	0.010~0.050	0.005
	>0.050~0.10	0.010		>0.050~0.10	0.010
	>0.10~0.50	0.02		>0.10~0.50	0.02
	>0.50~1.00	0.03		>0.50~1.00	0.03
	>1.00~1.50	0.04		>1.00~1.50	0.04
	>1.50~2.00	0.05		>1.50~2.00	0.05
Na	0.010~0.050	0.005	Ca	0.010~0.050	0.005
	>0.050~0.10	0.010		>0.050~0.10	0.010
	>0.10~0.50	0.03		>0.10~0.50	0.03
	>0.50~1.00	0.05		>0.50~1.00	0.05
	>1.00~1.50	0.10		>1.00~1.50	0.10
	>1.50~2.00	0.15		>1.50~2.00	0.15

9 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 鉴别试料、实验室和分析日期的资料；
- b) 使用本部分方法(本部分编号)；
- c) 遵守本部分规定的程度；
- d) 分析结果及其表示；
- e) 测定中观察到的异常现象；
- f) 对分析结果可能有影响而本部分未包括的操作、或者任选的操作。

附 录 A
(规范性附录)
等离子体原子发射光谱仪性能试验

A.1 目的

本附录中给出的性能试验目的在于使用不同类型的仪器对等离子体原子发射光谱仪的性能进行适当的测定,允许不同的仪器使用不同的操作条件,但等离子体原子发射光谱仪最终能产生一致的结果。整个性能试验步骤用三个基本参数考核:检测限(DL)、背景等效浓度(BEC)和短期精度(RSD)。
注:对于试样溶液中元素浓度高于 $5\,000\times\text{DL}$,RSD 是唯一的需要评价的性能参数。
需要试验的元素列入表 A.1。

表 A.1 建议的检测限

元素	DL/($\mu\text{g/mL}$)
Si	≤ 0.05
Mn	≤ 0.05
P	≤ 0.05
V	≤ 0.05
Ti	≤ 0.05
Cu	≤ 0.05
Al	≤ 0.05
As	≤ 0.05
Mg	≤ 0.05
Ca	≤ 0.05
K	≤ 0.05
Na	≤ 0.05

A.2 仪器性能要求

- A.2.1 检测限(DL):当元素产生最小浓度信号时,可以认为超出了任何带有一定规定等级的伪背景信号;另一方面,元素浓度产生信号是背景水平值标准偏差的 3 倍。
- A.2.2 背景等效浓度(BEC):是产生与背景强度值相等的净强度相等于分析元素的浓度;是对给定波长灵敏度的度量。
- A.2.3 短期精密度(RSD):在测定条件下所得仪器的一系列读数的相对标准偏差。

A.3 背景等效浓度和检测限

制备 3 份溶液,含待测元素浓度分别为:0 浓度水平,10 倍检测限,1 000 倍检测限。这些溶液含有

与待测样品相似浓度的酸、基体元素。

制备参比溶液的检测限可以是实验室值或是表 A.1 中给出的估计值。

应按制造商的建议和实验室定量分析的实践经验对等离子体光谱仪进行最初的调节。吸入空白液并取 10 次强度读数。对另外两种参比溶液重复此操作。

按式(A.1)计算分析曲线的斜率 M 。

$$M = C_2 / (I_2 - I_b) \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

C_2 ——10 倍检测限溶液的浓度，单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)；

I_2 ——10 倍检测限溶液 10 次原始强度读数的平均值；

I_b ——空白溶液 10 次强度读数的平均值。

按式(A.2)计算检测限(DL)，单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)。

$$DL = 3S_b M \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

S_b ——10 次空白强度读数的标准偏差；

M ——分析曲线的斜率。

按式(A.3)计算背景等效浓度(BEC)，单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)。

$$BEC = M \times I_b \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中：

M ——分析曲线的斜率；

I_b ——空白溶液 10 次强度读数的平均值。

按式(A.4)计算 1 000 倍检测限溶液的净平均强度(IN_3)。

$$IN_3 = I_3 - I_b \quad \dots\dots\dots (A.4)$$

式中：

I_3 ——1 000 倍检测限溶液 10 次原始强度读数的平均值；

I_b ——空白溶液 10 次强度读数的平均值。

按式(A.5)计算 1 000 倍检测限溶液的净强度相对标准偏差(RSD)。

$$RSD = \frac{\sqrt{(S_3^2 + S_b^2)}}{IN_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots (A.5)$$

式中：

S_3 ——1 000 倍检测限溶液的 10 次强度读数的标准偏差；

S_b ——10 次空白强度读数的标准偏差；

IN_3 ——1 000 倍检测限溶液的净平均强度。

附 录 B
(规范性附录)
试样分析结果接受程序流程图

试样分析结果接受程序流程图见图 B.1。

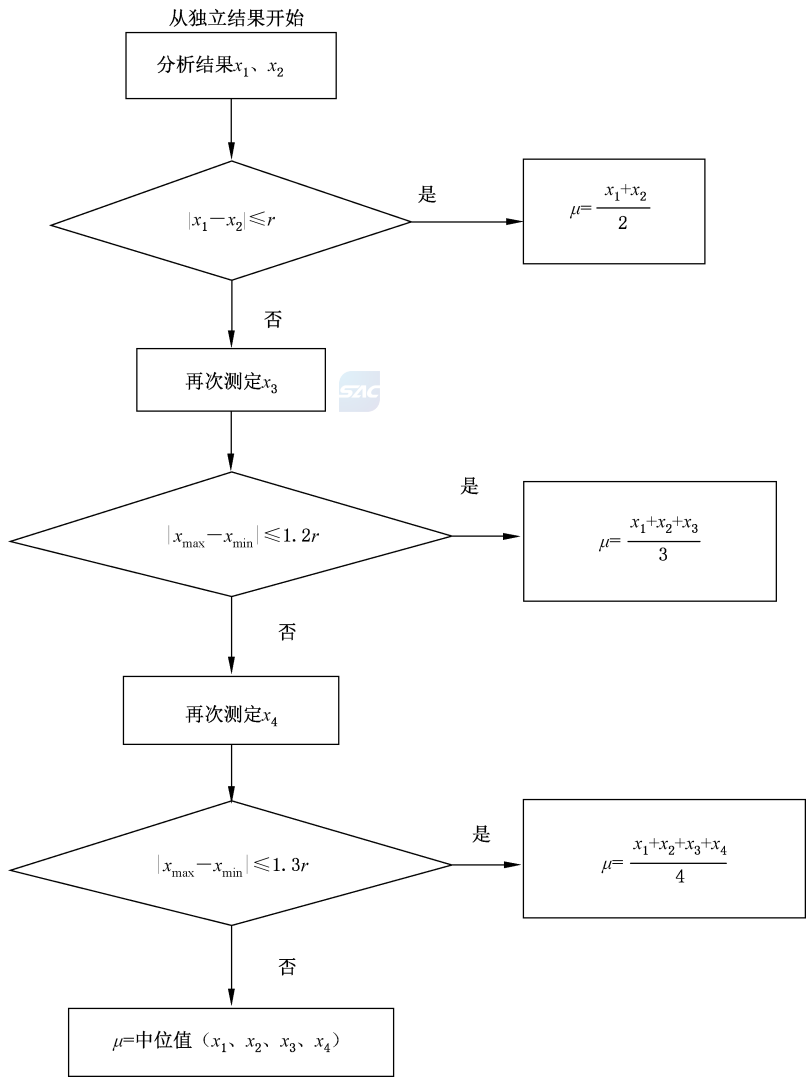


图 B.1 试样分析结果接受程序流程图