



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5687.12—2020

---

## 铬铁 磷、铝、钛、铜、锰、钙 含量的测定 电感耦合等离子体 原子发射光谱法

Ferrochromium—Determination of phosphorus, aluminum, titanium, copper,  
manganese, calcium content—Inductively coupled plasma  
atomic emission spectrometric method

2020-06-02 发布

2020-09-01 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 5687 分为以下若干部分：

- GB/T 5687.2 铬铁、硅铬合金和氮化铬铁 硅含量的测定 高氯酸脱水重量法；
- GB/T 5687.4 氮化铬铁和高氮铬铁 氮含量的测定 蒸馏-中和滴定法；
- GB/T 5687.10 铬铁 锰含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- GB/T 5687.11 铬铁 钛含量的测定 二安替比林甲烷分光光度法；
- GB/T 5687.12 铬铁 磷、铝、钛、铜、锰、钙含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

.....

本部分为 GB/T 5687 的第 12 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。

本部分由全国生铁及铁合金标准化技术委员会(SAC/TC 318)归口。

本部分起草单位：本钢板材股份有限公司、内蒙古鄂尔多斯电力冶金集团股份有限公司、广西柳州钢铁集团有限公司、安徽长江钢铁股份有限公司、江苏省鑫鑫钢铁集团有限公司、首钢股份公司迁安钢铁公司、北京中冶设备研究设计总院有限公司、交城义望铁合金有限责任公司、中冶建筑研究总院有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人：杨维秀、王亚朋、唐语、田玉伟、陈荣、林志旺、陈海、张显峰、马宁、薄凤华、顾红琴、于树荣、杜士毅、覃丹柳、王立霞、孙娟、崔玉文、刘飞宇、黄芝敏、卢春生。



铬铁 磷、铝、钛、铜、锰、钙  
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的安全和健康措施,保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 5687 的本部分规定了采用电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)测定磷、铝、钛、铜、锰、钙等元素含量的方法。

本部分适用于铬铁中磷、铝、钛、铜、锰、钙含量的测定,硅铬合金相应元素的测定也适用于本部分。各元素测定范围见表 1。

表 1 元素及测量范围

分析元素	测量范围(质量分数)/%
P	0.010~0.10
Al	0.050~0.60
Ti	0.005 0~0.60
Cu	0.010~1.50
Mn	0.010~1.00
Ca	0.10~1.50

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 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备
- 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
- JJG 768 发射光谱仪检定规程

3 原理

低碳试料以盐酸、过氧化氢、氢氟酸和高氯酸分解,在冒烟状态下,滴加盐酸挥铬后制备为盐酸溶液;高碳试料用过氧化钠在镍坩埚内熔融,用酸浸取,并稀释到一定体积。使用耐高盐雾化器和相应雾

化室,用电感耦合等离子体原子发射光谱仪(ICP-AES),测量试液中分析元素的发射光谱强度,或对钇的相对强度,在校准曲线上,计算出分析元素的质量分数。

## 4 试剂

分析中,除另有说明外,仅使用优级纯及以上纯度的试剂和符合 GB/T 6682 规定的实验室二级及以上用水。

4.1 纯铬,待测元素含量低于 0.001%(质量分数)。

4.2 纯铁( $\geq 99.98\%$ 或分析元素已知)。

4.3 过氧化钠。

4.4 高氯酸, $\rho=1.67\text{ g/mL}$ 。

4.5 氢氟酸, $\rho=1.15\text{ g/mL}$ 。

4.6 过氧化氢(30%)。

4.7 盐酸, $\rho=1.19\text{ g/mL}$ 。

4.8 盐酸,1+1。

4.9 硝酸,1.42 g/mL。

4.10 硝酸,1+1。

4.11 标准溶液

4.11.1 磷标准储备溶液

4.11.1.1 磷标准储备溶液,0.50 mg/mL

称取 2.196 8 g 预先经  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$  干燥至恒重并冷却至室温的磷酸二氢钾( $>99.95\%$ ),用适量水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

4.11.1.2 磷标准溶液,100.00  $\mu\text{g/mL}$

分取 20.00 mL 磷标准储备液(见 4.11.1.1),于 100 mL 容量瓶中,加 20 mL 盐酸(见 4.7),以水稀释至刻度,混匀。

4.11.1.3 磷标准溶液,10.00  $\mu\text{g/mL}$

分取 10.00 mL 磷标准储备液(见 4.11.1.1),于 500 mL 容量瓶中,加 20 mL 盐酸(见 4.7),以水稀释至刻度,混匀。

4.11.2 铝标准溶液

4.11.2.1 铝标准储备液,1.00 mg/mL

称取 1.000 0 g 金属铝( $\geq 99.95\%$ )于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加 30 mL 盐酸(见 4.8),低温加热溶解,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

注:(称取 1.000 0 g 金属铝( $\geq 99.95\%$ )于聚四氟乙烯烧杯中,加 30 mL 氢氧化钠溶液(200 g/L),低温加热溶解,加入 100 mL 水,滴加盐酸(见 4.7)酸化并过量 10 mL,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀)。

4.11.2.2 铝标准溶液,100.00  $\mu\text{g/mL}$

分取 10.00 mL 铝标准储备液(见 4.11.2.1)于 100 mL 容量瓶中,加 20 mL 盐酸(见 4.7),以水稀释至刻度,混匀。

4.11.2.3 铝标准溶液,10.00  $\mu\text{g/mL}$

分取 5.00 mL 铝标准储备液(见 4.11.2.1)于 500 mL 容量瓶中,加 20 mL 盐酸(见 4.7),以水稀释至刻度,混匀。

4.11.3 钛标准溶液

4.11.3.1 钛标准储备溶液,0.50 mg/mL

称取 0.500 0 g 光谱纯金属钛,于 100 mL 铂皿中,加 10 mL 氢氟酸(见 4.5)和 20 mL 硫酸(1+1)溶解,加热蒸发至冒硫酸烟,用水冲洗铂皿,继续加热至冒硫酸烟使氟驱尽。冷却至室温,加约 50 mL 水溶

解盐类,移入 1 000 mL 容量瓶中,用硫酸(1+9)洗净铂皿,洗液并入于容量瓶中,并用硫酸(1+9)稀释至刻度,混匀。

#### 4.11.3.2 钛标准溶液,100.00 $\mu\text{g/mL}$

分取 20.00 mL 钛标准储备液(见 4.11.3.1),于 100 mL 容量瓶中,加 20 mL 盐酸(见 4.7),以水稀释至刻度,混匀。

#### 4.10.3.3 钛标准溶液,10.00 $\mu\text{g/mL}$

分取 10.00 mL 钛标准储备液(见 4.11.3.1),于 500 mL 容量瓶中,加 20 mL 盐酸(见 4.7),以水稀释至刻度,混匀。

### 4.11.4 铜标准溶液

#### 4.11.4.1 铜标准储备溶液,1.00 mg/mL

称取 1.000 g 金属铜( $\geq 99.95\%$ ),于 250 mL 烧杯中,加 30 mL 硝酸(见 4.10),低温溶解,加热煮沸驱尽氮氧化物,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

#### 4.11.4.2 铜标准溶液,100.00 $\mu\text{g/mL}$

分取 10.00 mL 铜标准储备液(见 4.11.4.1),于 100 mL 容量瓶中,加 20 mL 盐酸(见 4.7),以水稀释至刻度,混匀。

#### 4.11.4.3 铜标准溶液,10.00 $\mu\text{g/mL}$

分取 5.00 mL 铜标准储备液(见 4.11.4.1),于 500 mL 容量瓶中,加 20 mL 盐酸(见 4.7),以水稀释至刻度,混匀。

### 4.11.5 锰标准溶液

#### 4.11.5.1 锰标准储备溶液,1.00 mg/mL

称取 1.000 g 电解锰( $\geq 99.95\%$ ),于 250 mL 烧杯中,加 30 mL 硝酸(见 4.10),加热溶解,煮沸驱尽氮氧化物,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

#### 4.11.5.2 锰标准溶液,100.00 $\mu\text{g/mL}$

分取 10.00 mL 锰标准储备液(见 4.11.5.1),于 100 mL 容量瓶中,加 20 mL 盐酸(见 4.7),以水稀释至刻度,混匀。

#### 4.11.5.3 锰标准溶液,10.00 mg/mL

分取 5.00 mL 锰标准储备液(见 4.11.5.1),于 500 mL 容量瓶中,加 20 mL 盐酸(见 4.7),以水稀释至刻度,混匀。

### 4.11.6 钙标准溶液

#### 4.11.6.1 钙标准储备溶液,0.50 mg/mL

称取 2.497 3 g 预先经  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$  干燥并于干燥器中冷却至室温的碳酸钙( $>99.95\%$ )于 250 mL 烧杯中,加 20 mL 水,混匀,盖上表面皿,慢慢滴加 20 mL 盐酸(见 4.8),至碳酸钙溶解,再加 20 mL 盐酸(见 4.8),煮沸除去二氧化碳,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

#### 4.11.6.2 钙标准溶液,100.00 $\mu\text{g/mL}$

分取 20.00 mL 钙标准储备液(见 4.11.6.1),于 100 mL 容量瓶中,加 20 mL 盐酸(见 4.7),以水稀释至刻度,混匀。

#### 4.11.6.3 钙标准储备溶液,10.00 $\mu\text{g/mL}$

分取 10.00 mL 钙标准储备液(见 4.11.6.1),于 500 mL 容量瓶中,加 20 mL 盐酸(见 4.7),以水稀释至刻度,混匀。

### 4.11.7 钇标准储备溶液,200.0 $\mu\text{g/mL}$

称取 0.254 0 g 预先经  $750\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$  灼烧 30 min 并冷却至室温的氧化钇( $>99.95\%$ )于 250 mL 烧杯中,加 30 mL 盐酸(见 4.8),加热溶解,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

5 仪器

5.1 单标线移液管、分度移液管和单刻度容量瓶

符合 GB/T 12806、GB/T 12807 和 GB/T 12808 的规定。

5.2 电感耦合等离子体(ICP)原子发射光谱仪

5.2.1 需配备耐高盐雾化器和相应雾化室。


5.2.2 电感耦合等离子体(ICP)原子发射光谱仪应满足表 2 所规定的检出限(DL)、背景等效浓度(BEC)、短期精密度(RSD)的性能要求。试料溶液中元素浓度高于  $5\,000 \times \text{DL}$  时,只需要满足 RSD 这一性能参数要求。检测限(DL)、背景等效浓度(BEC)、短期精度(RSD)的试验,按附录 A 进行,其结果应低于表 2 中的数值。

表 3 列出的推荐的分析谱线,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 2 推荐的等效浓度和检出限

元素	DL/( $\mu\text{g/mL}$ )	BEC/( $\mu\text{g/mL}$ )	RSD/( $\mu\text{g/mL}$ )
P	$\leq 0.05$	$\leq 0.5$	$\leq 1.0$
Al	$\leq 0.05$	$\leq 0.5$	$\leq 1.0$
Ti	$\leq 0.025$	$\leq 0.25$	$\leq 1.0$
Cu	$\leq 0.05$	$\leq 0.5$	$\leq 1.0$
Mn	$\leq 0.05$	$\leq 0.5$	$\leq 1.0$
Ca	$\leq 0.05$	$\leq 0.5$	$\leq 1.0$

表 3 推荐的分析线

元素	波长/nm	可能的干扰元素
P	178.284	Cu213.598
	213.618	
Al	394.401	
	396.152	
Ti	334.941	Cr334.932
	336.121	Ni336.156
Cu	324.754	Ti323.022
	327.396	
Mn	257.610	
	259.373	
Ca	317.933	
	393.366	
Y	224.306	
	324.228	
	371.030	

### 5.2.3 短期稳定性

测定 10 次每个元素浓度最高的标准溶液的绝对强度或强度比的平均值,计算其相对标准偏差应符合 JJG 768 的要求。

### 5.2.4 长期稳定性

测定 3 次每个元素浓度最高的标准溶液的绝对强度或强度比的平均值,计算 7 个平均值的标准偏差,绝对强度法相对标准偏差应符合 JJG 768 的要求,内标法相对标准偏差应符合 JJG 768 的要求。

### 5.2.5 曲线的线性

校准曲线的线性通过相关系数进行检查,相关系数应大于 0.999。

## 6 试样

6.1 用于分析的实验室试样,按照 GB/T 4010 的要求制备。

6.2 高碳铬铁、中碳铬铁(粉末样品)、硅铬合金试样应通过 0.125 mm 的筛孔。

6.3 微碳、低碳、中碳铬铁试样(钻样)应通过 1.68 mm 的筛孔。

## 7 分析步骤

### 7.1 测定次数

每个试样至少进行 2 次独立分析。

### 7.2 试料量

称取 0.20 g,精确至 0.000 1 g。

### 7.3 空白试验

随同试样平行做空白试验。

### 7.4 测定

#### 7.4.1 试料分解

##### 7.4.1.1 中碳、低碳、微碳铬铁(屑状样品)酸溶分解法

将试料置于 300 mL 玻璃烧杯中,加入 20 mL 盐酸(见 4.7),加入 5 mL 过氧化氢(见 4.6),微热溶解至试料无明显反应,继续加热至激烈反应停止,加约 5 mL 高氯酸(见 4.4),盖上表面皿,低温加热至高氯酸冒烟,当铬被氧化时,分 3 次~4 次共滴加 5 mL~10 mL 盐酸(见 4.7)挥铬至无黄色,低温加热冒尽高氯酸烟(约 2 mL~3 mL 溶液),取下,稍冷,用水冲洗杯壁及表面皿,加 20 mL 盐酸(见 4.8),滴加 2 mL 过氧化氢(见 4.6),加热溶解,冷却至室温。将试液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。如用内标法测量,在稀释之前,加入 5.00 mL 钇标准溶液(见 4.11.7)。

##### 7.4.1.2 中碳铬铁(粉末样品)、硅铬酸溶分解法

将试料置于 200 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 20 mL 盐酸(见 4.7),加入 5 mL 过氧化氢(见 4.6),微热溶解至试样无明显反应,用塑料管小心滴加约 5 mL 氢氟酸(见 4.5),至激烈反应停止,加约 5 mL

高氯酸(见 4.4), 盖上聚四氟乙烯表面皿, 低温加热至高氯酸冒烟, 以下同 7.4.1.1。

#### 7.4.1.3 高碳铬铁碱熔分解法

称取 1.5 g 过氧化钠(见 4.3)均匀铺在镍坩埚底部, 然后称取试料, 使试料与过氧化钠充分搅匀, 再称取 0.5 g 过氧化钠(见 4.3)均匀覆盖表面上。将盛有试料的镍坩埚放入马弗炉中, 徐徐加热至 760 ℃使试料融化, 每隔 5 min 摇晃一次, 直至试料融化至亮红色, 关门 15 min, 待试料完全溶解后, 取出, 自然冷却后, 将坩埚放入 400 mL 玻璃烧杯中, 加入 50 mL 热水、5 mL 盐酸(见 4.7)、10 mL 硝酸(见 4.9), 加热煮沸后洗出镍坩埚, 继续加热至沸腾, 待盐类溶解后取下冷却至室温, 转移至 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。如用内标法测量, 在稀释之前, 加入 5.00 mL 钇标准溶液(见 4.11.7)。

#### 7.4.2 校准溶液的制备

用相当于试料中铬和铁量的纯铬(见 4.1)和纯铁(见 4.2)代替试料, 按 7.4.1 操作, 在最终稀释到 100 mL 以前, 加入各分析元素, 推荐按表 4 加入被测元素的标准溶液。其浓度范围要覆盖所有分析元素的浓度范围, 每一校准曲线需要 5 点(含 5 点)以上校准溶液组成, 并成合适梯次。为使校准溶液的离子浓度基本一致, 某一校准溶液由各分析元素不应都是最高或最低, 如果由于浓度过高使得校准曲线成非线性, 使用次灵敏线或者适当稀释试样溶液和校准溶液。

表 4 推荐制作标准曲线的标准溶液

元素	标准溶液	数值					
磷	加入磷标准溶液 4.11.1.3 体积/mL	2.00	6.00	10.00			
	加入磷标准溶液 4.11.1.2 体积/mL				1.40	2.00	
	相应试料中元素含量/%	0.01	0.03	0.05	0.07	0.10	
铝	加入铝标准溶液 4.11.2.3 体积/mL	6.00	10.00				
	加入铝标准溶液 4.11.2.2 体积/mL			1.40	2.00	6.00	12.00
	相应试料中元素含量/%	0.03	0.05	0.07	0.10	0.30	0.60
钛	加入钛标准溶液 4.11.3.3 体积/mL	0.40	1.00	1.40	2.00	6.00	
	相应试料中元素含量/%	0.002	0.005	0.007	0.01	0.03	
	加入钛标准溶液 4.11.3.3 体积/mL	6.00	10.00				
	加入钛标准溶液 4.11.3.2 体积/mL			1.40	2.00	6.00	12.00
	相应试料中元素含量/%	0.03	0.05	0.07	0.10	0.30	0.60
铜	加入铜标准溶液 4.11.4.3 体积/mL	2.00	6.00	10.00			
	加入铜标准溶液 4.11.4.2 体积/mL				1.40	2.00	
	相应试料中元素含量/%	0.01	0.03	0.05	0.07	0.10	
	加入铜标准溶液 4.11.4.2 体积/mL	2.00	6.00	10.00			
	加入铜标准溶液 4.11.4.1 体积/mL				1.40	2.00	3.00
	相应试料中元素含量/%	0.1	0.3	0.5	0.7	1.0	1.5



表 4 (续)

元素	标准溶液	数值					
锰	加入锰标准溶液 4.11.5.3 体积/mL	2.00	6.00	10.00			
	加入锰标准溶液 4.11.5.2 体积/mL				1.40	2.00	
	相应试料中元素含量/%	0.01	0.03	0.05	0.07	0.10	
	加入锰标准溶液 4.11.5.2 体积/mL	2.00	6.00	10.00			
	加入锰标准溶液 4.11.5.1 体积/mL				1.40	2.00	
	相应试料中元素含量/%	0.10	0.30	0.50	0.70	1.00	
钙	加入钙标准溶液 4.11.6.2 体积/mL	2.00	6.00	10.00			
	加入钙标准溶液 4.11.6.1 体积/mL				2.80	4.00	6.00
	相应试料中元素含量/%	0.10	0.30	0.50	0.70	1.00	1.50

### 7.4.3 光谱仪的调节

启动电感耦合等离子体发射光谱仪,按照仪器操作说明使仪器优化。选择合适的分析条件,准备用于校准曲线绘制、测量及统计计算等软件。

开启点火键,点火后确认仪器运行参数在确定范围内,雾化系统及等离子火焰工作正常,稳定数分钟。

### 7.4.4 测量

#### 7.4.4.1 校准溶液

先使用零校准溶液,由低到高测定校准溶液,在每次吸入溶液之间吸入去离子水。至少重复测量 2 次,取两个读数的平均值。

#### 7.4.4.2 试验溶液

校准溶液测量后,立即测量试验溶液,每次测量之间吸入去离子水。试验溶液至少重复测量 2 次。

## 8 结果计算及表示

### 8.1 结果计算

从校准溶液测出的光谱强度值对其元素的相应质量浓度绘制校准曲线。

根据试验溶液的光谱强度值从校准曲线中分别计算各自的质量浓度值,按式(1)计算分析元素的含量:

$$w_{Me} = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V}{m \times 10^6} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$w_{Me}$  ——分析元素的质量分数;

$\rho_1$  ——试料溶液中分析元素的质量浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$\rho_0$  ——空白溶液中分析元素的质量浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$V$  ——校正和试验的体积,单位为毫升( $\text{mL}$ );

$m$  ——试料的质量,单位为克(g)。

8.2 分析结果的表示

分析结果为 2 次独立分析结果的平均值,按 GB/T 8170 的规定修约。

当分析结果大于或等于 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。

9 允许差

实验室内两次独立分析的结果应不大于表 5 所示允许差。若超出则应按附录 B 中的流程来处理。

表 5 允许差 %

元素	范围	允许差	元素	范围	允许差
P	0.010~0.030	0.003 0	Al	0.050~0.10	0.010
	>0.030~0.050	0.004 0		>0.10~0.30	0.020
	>0.05~0.10	0.006 0		>0.30~0.60	0.030
Cu	0.010~0.050	0.005 0	Ca	0.10~0.25	0.015
	>0.050~0.10	0.010		>0.25~0.50	0.030
	>0.10~0.25	0.015		>0.50~1.00	0.045
	>0.25~0.50	0.020		>1.00~1.50	0.050
	>0.50~1.00	0.030		—	—
	>1.00~1.50	0.050		—	—
Mn	0.010~0.050	0.005 0	Ti	0.005 0~0.010	0.001 5
	>0.050~0.10	0.010		>0.010~0.050	0.003 0
	>0.10~0.25	0.015		>0.050~0.10	0.006 0
	>0.25~0.50	0.020		>0.10~0.30	0.010
	>0.50~1.00	0.030		>0.30~0.60	0.030

10 实验报告

实验报告应包含下列内容:

- a) 实验室名称和地址;
- b) 实验报告的签发日期;
- c) 本部分的标准编号;
- d) 识别试样的细节;
- e) 分析结果;
- f) 结果的编号;
- g) 在测定过程中注意到的任何特性和本标准中没有规定的可能对试样和认证标准物质的结果产生影响的任何操作。



## 附录 A

(规范性附录)

## 电感耦合等离子体光谱仪性能试验

## 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仪器对等离子体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:检出限(DL)、背景等效浓度(BEC)、短期精密度(RSD)。

注:试样溶液中元素浓度高于  $5\,000 \times \text{DL}$  时,只需要满足 RSD 这一性能参数要求。

## A.2 定义

本附录应用以下定义。

## A.2.1 检出限(DL)

## A.2.2 背景等效浓度(BEC)

## A.2.3 短期精密度(RSD)

## A.3 校准溶液

应制备需要试验的元素浓度等级为  $0 \times \text{DL}$  (空白),  $10 \times \text{DL}$  和  $1\,000 \times \text{DL}$  的检测限溶液。这些溶液应含有待测样品相似浓度的酸、溶剂,基体元素。

制备检测限溶液的 DL 值可以是实验室值或是估计值。

## A.4 程序

该程序用于每一试验元素的操作。

应按制造商的建议和实验室的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:

$$M = \rho_2 / (I_2 - I_b) \quad \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中:

$M$  ——分析曲线的斜率;

$\rho_2$  —— $10 \times \text{DL}$  的检测限溶液的质量浓度,比检测限高一级,单位为微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ );

$I_2$  —— $10 \times \text{DL}$  的检测限溶液 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)计算检测元素检出限(DL):

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

式中:

DL ——检测限,单位为微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ );

$S_b$  ——10 次空白强度读数的标准偏差。

按式(A.3)计算背景等效浓度(BEC):

$$\text{BEC} = M I_{\text{b}} \quad \dots\dots\dots (\text{A.3})$$

式中:

BEC——背景等效浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )。

#### A.5 相对标准偏差

从原始平均强度( $I_3$ )与空白平均强度  $I_{\text{b}}$  的差值按式(A.4)计算  $1\,000 \times \text{DL}$  检测限溶液的净平均强度( $\text{IN}_3$ ):

$$\text{IN}_3 = I_3 - I_{\text{b}} \quad \dots\dots\dots (\text{A.4})$$

式中:

$\text{IN}_3$  ——溶液 3(DL 的  $1\,000$  倍)的净平均强度。

RSD ——元素浓度为  $1\,000 \times \text{DL}$  参比溶液 3 的估计值。

使用式(A.5)计算  $1\,000 \times \text{DL}$  检测限溶液的净强度相对标准偏差( $\text{RSDN}_{\text{min}}$ ):

$$\text{RSDN}_{\text{min}} = \frac{\sqrt{S_3^2 - S_{\text{b}}^2}}{\text{IN}_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots (\text{A.5})$$

式中:

$S_3$  —— $1\,000 \times \text{DL}$  检测限溶液 10 次强度读数的标准偏差。

$\text{RSDN}_{\text{min}}$  是元素浓度为  $1\,000 \times \text{DL}$  溶液的估计值。

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如图 B.1 所示。

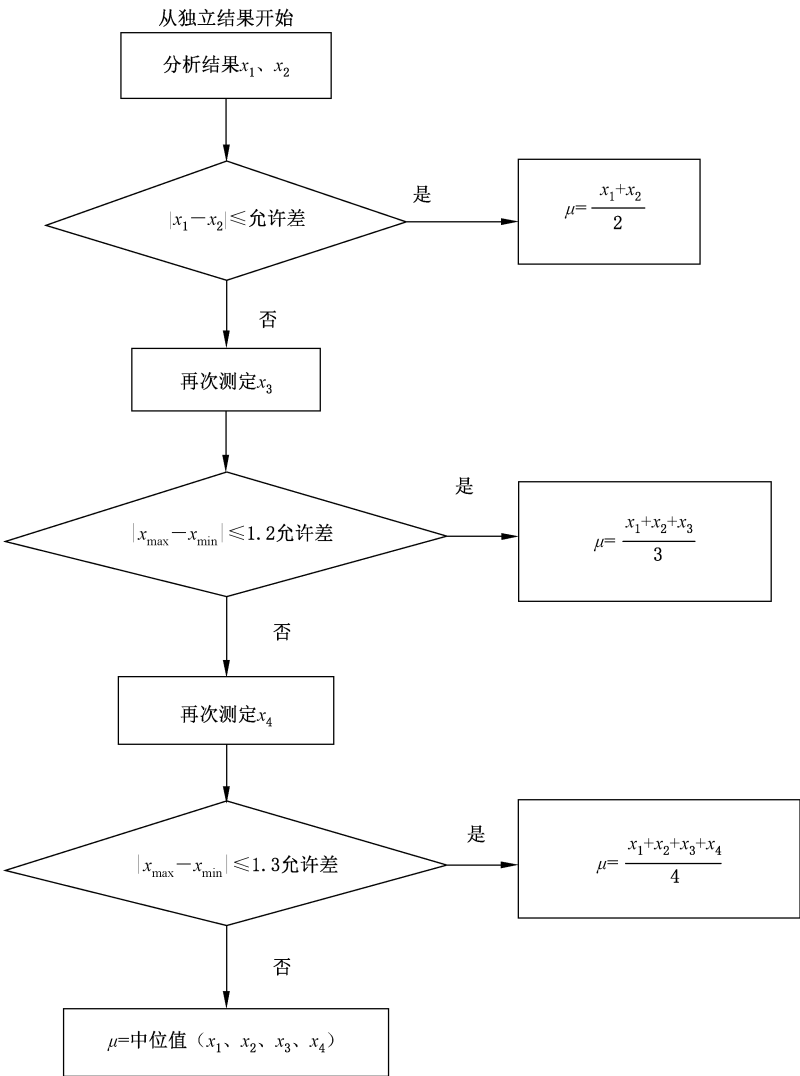


图 B.1 试样分析结果接受程序流程图