有色金属行业标准

高镍锍化学分析方法

第6部分 铅、锌和砷含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

编制说明

标准编制组

2018年11月3日

**一、工作简况**

**1.1方法概况**

**1.1.1 项目的必要性**

高镍锍是镍冶炼过程中产生的很重要的中间产品，其中所含的铅、锌、砷含量的高低直接影响镍产品生产质量和生产工艺中除杂工序的负荷，是原料投入生产工序前的重点关注对象。现行有色行业标准《高镍锍化学分析方法》YS/T 252.1~.5包括5个部分，分别是镍重量法、铁磺基水杨酸光度法、钴火焰原子吸收光谱法、铜硫代硫酸钠滴定法及硫燃烧中和滴定法，没有铅锌砷的分析方法，为了有效指导生产和为贸易提供高镍锍中有害元素的检测方法，制定一个行业认可、方法准确可靠的高镍锍中铅、锌、砷含量的分析标准显得尤为重要和迫切。

**1.1.2 适用范围**

本标准适用于高镍锍中铅、锌、砷含量的测定。测定范围：铅0.02%~0.5%，锌0.01%~0.5%，砷0.02%~1%。

**1.1.3 可行性**

金川集团股份有限公司是中国的镍钴生产基地、铂族金属提炼中心和国内第三大铜生产企业，其中承担集团公司最终产品及各类外购原料检测的检测中心，取得了17025国家认可实验室、甘肃省强制检定计量器具专项计量授权等资质，拥有ICP-MS、ICP-AES、直读光谱仪、X-荧光光谱仪、原子吸收光谱仪、原子荧光光谱仪等诸多国内外先进的检测仪器，项目成员多次参与国家标准、ISO标准、有色行业标准的起草、验证等工作，具有丰富的方法研究经验。

高镍锍作为生产电解镍的主要原料，在镍金属原料贸易中占有较大的市场份额，交易量逐年增大，仅金川公司每年的采购量近3万吨。其中所含的铅、锌、砷含量的高低直接影响镍产品生产质量和生产工艺中除杂工序的负荷，是原料投入生产工序前的重点关注对象。电感耦合等离子发射光谱分析已成为全国各实验室进行微量及常量检测项目分析的主流手段，该设备具有检测效率高，抗干扰能力强，检出限低等优势，建立电感耦合等离子发射光谱法测定高镍锍中杂质元素的方法，为高镍锍生产、贸易提供数据结算的依据，填补了有色行业标准没有铅、锌、砷分析标准的空白。因此，有必要建立电感耦合等离子光谱法测定高镍锍中铅、锌、砷含量的标准方法。

**1.1.4 要解决的主要问题**

目前国内尚无高镍锍中铅、锌、砷元素的统一分析方法，通过研究建立高镍锍中铅、锌、砷含量的分析标准，提供一个能够被行业认可的统一的分析标准，对企业在高镍锍的后续生产及市场贸易提供有力的指导。

**1.2任务来源**

根据工信厅科[2017]40号下达的有色行业标准项目计划，经全国有色金属标准化技术委员会在2017年10月24日～27日在浙江杭州召开任务落实和讨论会议，并对标准计划项目的分工和进度进行了安排。确定由金川集团股份有限公司负责有色金属行业标准《高镍锍化学分析方法 第6部分 铅、锌和砷含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》 的起草，北矿检测技术有限公司、广东省工业分析检测中心、国标（北京）检验认证有限公司、辽宁检验检疫局、广西冶金质检站、兰州金川新材料科技股份有限公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、长沙矿冶研究院有限责任公司、贵州省分析测试研究院、中国检验认证集团广西有限公司、峨眉山市峨半高纯材料有限公司、浙江华友钴业股份有限公司、浙江亚通焊材有限公司、广西壮族自治区分析测试研究中心参加协同试验，计划号为2017-0159T-YS，项目计划完成时间为2019年。

**1.3本标准编制单位、起草人及所做工作**

本标准由金川集团股份有限公司的喻生洁、任利华负责起草，喻生洁、任利华负责方法制定、资料检索、技术参数的确定及实验报告、标准文本的编写等工作，陈兴纲和文占杰负责验证样品的收集和配制、产品调研等工作。

本部分起草单位包括北矿检测技术有限公司、广东省工业分析检测中心、国标（北京）检验认证有限公司、辽宁检验检疫局、广西冶金质检站、兰州金川新材料科技股份有限公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、长沙矿冶研究院有限责任公司、贵州省分析测试研究院、中国检验认证集团广西有限公司、峨眉山市峨半高纯材料有限公司、浙江华友钴业股份有限公司、浙江亚通焊材有限公司和广西壮族自治区分析测试研究中心。参与起草人有：………..

**1.4主要工作过程**

**1.4.1 工作分工**

依据2017年10月22日～24日在浙江杭州召开的任务落实会议纪要安排，由金川集团股份有限公司负责起草；北矿检测技术有限公司、广东省工业分析检测中心、国标（北京）检验认证有限公司、辽宁检验检疫局、广西冶金质检站为一验单位；兰州金川新材料科技股份有限公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、长沙矿冶研究院有限责任公司、贵州省分析测试研究院、中国检验认证集团广西有限公司、峨眉山市峨半高纯材料有限公司、浙江华友钴业股份有限公司、浙江亚通焊材有限公司、广西壮族自治区分析测试研究中心为二验单位。

金川集团股份有限公司负责提供样品。

**1.4. 2 标准起草过程**

1.4.2.1依据近几年以来高镍锍中铅锌砷的含量情况，经任务落实会议中各参会单位的讨论，确定高镍锍中各元素测定范围为铅0.02%~0.5%；锌0.01%~0.5%；砷0.02%~1.0%。

1.4.2.2起草单位金川集团股份有限公司展开了所负责方法的研究工作，包括文献查询、实验方案的确定，根据实验方案，开展该标准方法的分析条件优化选择试验、样品溶解试验、共存元素的干扰考察及消除试验、方法的准确度、精密度试验等一系列工作，对于样品的消解刚开始采用酸+溴的方法，但在溶解过程中发现如果加盐酸低温消除硫的干扰的同时砷会有损失；加硝酸会使样品中硫氧化成硫酸导致铅含量测定数据不准确，经过试验最终确定样品采用盐酸+硝酸+高氯酸的溶解方法。

1.4.2.3各项实验内容完成后，于2018年6月底形成实验报告和标准预审稿，随即将验证样品、实验报告和标准讨论稿交与各参加起草单位开展验证工作。

1.4.2.4 各实验室先后于2018年8月初全部完成验证工作，负责起草单位金川集团股份有限公司对验证数据开展统计整理。

**1.4.3验证单位提出的意见和建议**

广东省工业分析检测中心：（1）在征求意见稿中，1.1 试剂 排列顺序为先固体，后液体，先原液，后稀释液。——采纳。（2）1.3 实验方法称取试样0.200 g，….冷却至室温。建议：如仍有黑色硫未被氧化消失，重复前步骤。——不采纳，因为只要试液蒸干并白烟冒尽，硫会燃烧除去，不会有残余。

辽宁检验检疫局：（1）实验报告3.3样品前处理，由于盐酸具有强腐蚀性，因此在溶解盐类时，建议采用。——不采纳，高镍锍样品的组成主要为硫化镍铜，其中的金属含量高达约80%，采用1+1的盐酸，样品分解不干净。（2）考虑到样品的复杂性、更好地溶解盐类以及与之匹配的标准溶液的长期稳定性，建议采用5%盐酸介质。——不采纳，2%的盐酸介质完全能够满足测定要求。

**1.4.4 预审会议提出的意见和建议**

2018年8月21日至8月23日，全国有色金属标准化技术委员会在宁夏银川市召开了“高镍锍化学分析方法”第一次有色金属标准工作会议，来自全国的有色金属标准化技术委员会、金川集团股份有限公司、北矿检测技术有限公司等15家单位的19名代表参加了会议，会议对标准征求意见稿进行了认真讨论和审核，对文本提出下述修改意见和建议，标准编制组在会后进行了修改：

标准化委员会：（1）封面 将“铅、锌和砷量的测定”改为“铅、锌和砷含量的测定” ——采纳。（2）标准文本 5、5.1、6.1中将“试样”改为“样品”——采纳。

预审会议代表：（1）前言 将“第6部分：铅、锌、砷量的测定”改为“铅、锌和砷含量的测定” ——采纳。（2）标准文本 5.1 将“试样粒度不大于0.154mm”改为“试样粒度不大于154μm” ——采纳。

**二、 标准编写原则和编写格式**

本标准是根据GB/T1.1-2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写规则》和GB/T20001.4-2001《标准编写规则 第4部分：化学分析方法》的要求进行编写。

按照GB/T 6379.2-2004 《测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法 》确定方法的重现性和再现性。

**三、标准主要内容的确定依据**

**3.1主要实验内容**

3.1.1开展了待测元素分析谱线的选择和ICP-AES仪器工作条件的优化，确定了待测元素铅、锌、砷的分析谱线。

3.1.2 通过几种溶解样品的方法对砷元素影响，确定了采用盐酸、硝酸、高氯酸的溶解方式。

3.1.3 对共存组分的干扰情况进行考察，不干扰铅锌砷的测定，开展方法检出限试验，确定了三种元素的检出下限，满足样品分析的要求。

3.1.4 通过样品的精密度实验、标准样品分析和加标回收实验，其相对标准偏差、精密度、准确度都得到了满意的结果，能满足高镍锍中各待测元素的检测需求。

具体实验内容详见附件：《高镍锍化学分析方法 第6部分铅、锌和砷含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》实验报告。

**3.2样品加标回收率**

起草单位金川集团股份有限公司与各一验单位对方法的准确度进行了考察，样品中铅锌砷的加标回收率分别为：金川集团股份有限公司：100.0%～105.0%、99.5%～104.0%、99.0%～104.0%，辽宁检验检疫局：102.1%～105.1%、97.1%～102.3%，97.8%～104.1%；贵州省分析测试研究院：99.0%～101.7%、100.7%～105.6%、98.6%～105.0%，北矿检测技术有限公司：100.8%～103.0%、98.5%～106.0%、97.0%～102.0%，国标（北京）检验认证有限公司：96.0%～104.0%、96.0%～104.8%、100.0%～105.0%，广东省工业分析检测中心：97.4%～104.0%、95.6%～101.5%、96.0%～103.3%，广西冶金产品质量检验站：96.0%～104.0%、100.4%～105.0%、99.7%～102.0%，满足高镍锍中铅锌砷分析的要求。

**3.3重复性和再现性**

3.3.1精密度试验

为了确定《高镍锍化学分析方法 第6部分 铅、锌和砷含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》中各元素测定的重复性和再现性，15个实验室对各待测元素4～5个水平的高镍锍验证样品进行了协同试验，各实验室对每个水平均报告了7～11个试验结果。根据国家标准GB/T6379.2-2004确定标准测量方法的重复性和再现性的基本方法（ISO 5725-2；1994，IDT）的规定，对收到的全部数据进行了统计分析，首先对各实验室的标准偏差s进行柯克伦检验，之后对各实验室的均值进行格拉布斯检验，离群值用\*\*注明。各实验室的统计检验结果见表1～表3。

表1 各实验室ICP-AES法测定高镍锍中铅的平均值和标准偏差

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室 |  | 水平 | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 |
| 金川集团股份有限公司 | 平均值 | 0.0151 | 0.0874 | 0.260 | 0.518 |
| s | 0.00072 | 0.0023 | 0.0038 | 0.0088 |
| n | 11 | 11 | 11 | 11 |
| 北矿检测技术有限公司（一验） | 平均值 | 0.0145 | 0.0912 | 0.262 | 0.512 |
| s | 0.00067 | 0.0022 | 0.0066 | 0.0071 |
| n | 11 | 11 | 11 | 11 |
| 广东省工业分析检测中心（一验） | 平均值 | 0.0179 | 0.0838 | 0.266 | 0.516 |
| s | 0.00042 | 0.0015 | 0.0058 | 0.0058 |
| n | 11 | 11 | 11 | 11 |
| 国标（北京）检验认证有限公司（一验） | 平均值 | 0.0165 | 0.0890 | 0.252 | 0.501 |
| s | 0.00053 | 0.0011 | 0.0054 | 0.0087 |
| n | 11 | 11 | 11 | 11 |
| 广西冶金质检站（一验） | 平均值 | 0.0165 | 0.0901 | 0.271 | 0.528 |
| s | 0.00082 | 0.0025 | 0.0054 | 0.0089 |
| n | 11 | 11 | 11 | 11 |
| 辽宁检验检疫局（一验） | 平均值 | 0.0170 | 0.0886 | 0.260 | 0.513 |
| s | 0.00073 | 0.0023 | 0.0046 | 0.0078 |
| n | 11 | 11 | 11 | 11 |
| 贵州省分析测试研究院（二验） | 平均值 | 0.0155 | 0.0883 | 0.259 | 0.519 |
| s | 0.00077 | 0.0018 | 0.0060 | 0.0093 |
| n | 11 | 11 | 11 | 11 |
| 兰州金川新材料公司（二验） | 平均值 | 0.0147 | 0.0853 | 0.255 | 0.502 |
| s | 0.00020 | 0.0010 | 0.0062 | 0.0030 |
| n | 11 | 11 | 11 | 11 |
| 浙江华友钴业股份有限公司（二验） | 平均值 | 0.0273 | 0.0797 | 0.261 | 0.488 |
| s | 0.0012 | 0.0017 | 0.0016 | 0.0074 |
| n | 7 | 7 | 7 | 7 |
| 浙江亚通焊材有限公司 | 平均值 | 0.0157 | 0.0868 | 0.259 | 0.504 |
| s | 0.00090 | 0.00082 | 0.0049 | 0.0065 |
| n | 11 | 11 | 11 | 11 |
| 中国检验认证集团广西有限公司（二验） | 平均值 | 0.0158 | 0.0984 | 0.255 | 0.502 |
| s | 0.00080 | 0.0048 | 0.0075 | 0.0082 |
| n | 11 | 11 | 11 | 11 |
| 广西壮族自治区分析测试研究中心（二验） | 平均值 | 0.0165 | 0.0898 | 0.275 | **0.579\*\*** |
| s | 0.00085 | 0.0038 | 0.013 | 0.018 |
| n | 11 | 11 | 11 | 11 |
| 长沙矿冶研究院有限责任公司（二验） | 平均值 | 0.0166 | 0.0880 | 0.263 | 0.526 |
| s | 0.00070 | 0.0020 | 0.010 | 0.0078 |
| n | 11 | 11 | 11 | 11 |
| 山东恒邦冶炼股份有限公司（二验） | 平均值 | 0.0168 | 0.0968 | 0.264 | 0.499 |
| s | 0.00071 | 0.0026 | 0.0044 | 0.0066 |
| n | 7 | 7 | 7 | 7 |
| 峨眉山市峨半高纯材料有限公司（二验） | 平均值 | 0.0146 | 0.0867 | 0.280 | **0.546\*\*** |
| s | 0.00010 | 0.00060 | 0.0043 | 0.0053 |
| n | 7 | 7 | 7 | 7 |
| 经检验后参与统计的实验室 | p | 15 | 15 | 15 | 13 |

表2各实验室ICP-AES法测定高镍锍中锌的平均值和标准偏差

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室 |  | 水平 | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 |
| 金川集团股份有限公司 | 平均值 | 0.0104 | 0.0468 | 0.102 | 0.501 |
| s | 0.00034 | 0.0010 | 0.0012 | 0.0060 |
| n | 11 | 11 | 11 | 11 |
| 北矿检测技术有限公司（一验） | 平均值 | 0.0106 | 0.0480 | 0.101 | 0.502 |
| s | 0.00040 | 0.0015 | 0.0021 | 0.0076 |
| n | 11 | 11 | 11 | 11 |
| 广东省工业分析检测中心（一验） | 平均值 | 0.0110 | 0.0476 | 0.109 | 0.508 |
| s | 0.00052 | 0.00062 | 0.0044 | 0.0000 |
| n | 11 | 11 | 11 | 11 |
| 国标（北京）检验认证有限公司（一验） | 平均值 | 0.0108 | 0.0468 | 0.103 | 0.504 |
| s | 0.00052 | 0.0014 | 0.0016 | 0.0033 |
| n | 11 | 11 | 11 | 11 |
| 广西冶金质检站（一验） | 平均值 | 0.0103 | 0.0469 | 0.100 | 0.504 |
| s | 0.00039 | 0.0011 | 0.0022 | 0.0062 |
| n | 11 | 11 | 11 | 11 |
| 辽宁检验检疫局（一验） | 平均值 | 0.0104 | 0.0477 | 0.102 | 0.506 |
| s | 0.00048 | 0.0014 | 0.0010 | 0.0071 |
| n | 11 | 11 | 11 | 11 |
| 贵州省分析测试研究院（二验） | 平均值 | 0.0102 | 0.0445 | 0.102 | 0.501 |
| s | 0.00028 | 0.0010 | 0.0023 | 0.0054 |
| n | 11 | 11 | 11 | 11 |
| 兰州金川新材料公司（二验） | 平均值 | 0.0102 | 0.0451 | 1.0089 | 0.5011 |
| s | 0.00048 | 0.00098 | 0.020 | 0.0089 |
| n | 11 | 11 | 11 | 11 |
| 浙江华友钴业股份有限公司（二验） | 平均值 | 0.0105 | 0.0493 | 0.100 | 0.503 |
| s | 0.00065 | 0.0013 | 0.00074 | 0.0032 |
| n | 7 | 7 | 7 | 7 |
| 浙江亚通焊材有限公司 | 平均值 | 0.0097 | 0.0470 | 0.104 | 0.504 |
| s | 0.00022 | 0.0014 | 0.0030 | 0.0035 |
| n | 11 | 11 | 11 | 11 |
| 中国检验认证集团广西有限公司（二验） | 平均值 | 0.0109 | 0.0477 | 0.105 | 0.492 |
| s | 0.00028 | 0.00082 | 0.0041 | 0.0065 |
| n | 11 | 11 | 11 | 11 |
| 广西壮族自治区分析测试研究中心（二验） | 平均值 | 0.0103 | 0.0479 | 0.104 | 0.502 |
| s | 0.00022 | 0.00076 | 0.0016 | 0.0017 |
| n | 10 | 11 | 11 | 11 |
| 长沙矿冶研究院有限责任公司（二验） | 平均值 | 0.0102 | 0.0476 | 0.1033 | 0.5045 |
| s | 0.00038 | 0.0044 | 0.0046 | 0.0098 |
| n | 11 | 11 | 11 | 11 |
| 山东恒邦冶炼股份有限公司（二验） | 平均值 | **0.0090\*\*** | 0.0429 | 0.0956 | **0.476\*\*** |
| s | 0.00041 | 0.0011 | 0.0015 | 0.0052 |
| n | 7 | 7 | 7 | 7 |
| 峨眉山市峨半高纯材料有限公司（二验） | 平均值 | **0.0082\*\*** | 0.0421 | 0.0941 | **0.484\*\*** |
| s | 0.0001 | 0.0005 | 0.0006 | 0.0054 |
| n | 7 | 7 | 7 | 7 |
| 经检验后参与统计的实验室 | p | 13 | 15 | 15 | 13 |

表3 各实验室ICP-AES法测定高镍锍中砷的平均值和标准偏差

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室 |  | 水平 j | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| 金川集团股份有限公司 | 平均值 | 0.0288 | 0.0583 | 0.306 | 0.679 | 1.043 |
| s | 0.0014 | 0.0015 | 0.0082 | 0.014 | 0.022 |
| n | 11 | 11 | 11 | 11 | 11 |
| 北矿检测技术有限公司（一验） | 平均值 | 0.0297 | 0.0597 | 0.307 | 0.672 | 1.037 |
| s | 0.0013 | 0.0018 | 0.0068 | 0.013 | 0.019 |
| n | 11 | 11 | 11 | 11 | 11 |
| 广东省工业分析检测中心（一验） | 平均值 | 0.0302 | 0.0569 | 0.300 | 0.669 | 1.037 |
| s | 0.00074 | 0.00072 | 0.0080 | 0.0083 | 0.016 |
| n | 11 | 11 | 11 | 11 | 11 |
| 国标（北京）检验认证有限公司（一验） | 平均值 | 0.0264 | 0.0535 | 0.305 | 0.654 | 1.019 |
| s | 0.00066 | 0.00059 | 0.0020 | 0.0057 | 0.0051 |
| n | 11 | 11 | 11 | 11 | 11 |
| 广西冶金质检站（一验） | 平均值 | 0.0299 | 0.0564 | 0.314 | 0.675 | —— |
| s | 0.0012 | 0.0012 | 0.0086 | 0.015 | —— |
| n | 11 | 11 | 11 | 11 | —— |
| 辽宁检验检疫局（一验） | 平均值 | 0.0292 | 0.0581 | 0.306 | 0.685 | 1.053 |
| s | 0.00093 | 0.0014 | 0.0070 | 0.015 | 0.023 |
| n | 11 | 11 | 11 | 11 | 11 |
| 贵州省分析测试研究院（二验） | 平均值 | 0.0277 | 0.0584 | 0.300 | 0.683 | 1.034 |
| s | 0.0013 | 0.0016 | 0.0081 | 0.011 | 0.0098 |
| n | 11 | 11 | 11 | 11 | 11 |
| 兰州金川新材料公司（二验） | 平均值 | 0.0270 | 0.0548 | 0.313 | 0.673 | 1.021 |
| s | 0.00054 | 0.0011 | 0.0048 | 0.010 | 0.018 |
| n | 11 | 11 | 11 | 11 | 11 |
| 浙江华友钴业股份有限公司（二验） | 平均值 | 0.0265 | 0.0555 | 0.308 | 0.677 | 1.018 |
| s | 0.00061 | 0.00039 | 0.0037 | 0.0069 | 0.0053 |
| n | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 |
| 浙江亚通焊材有限公司 | 平均值 | 0.0286 | 0.0597 | 0.302 | 0.686 | —— |
| s | 0.0013 | 0.0023 | 0.0073 | 0.0095 | —— |
| n | 11 | 11 | 11 | 11 | —— |
| 中国检验认证集团广西有限公司（二验） | 平均值 | 0.0287 | 0.0560 | 0.313 | 0.676 | 1.037 |
| s | 0.00078 | 0.0016 | 0.0080 | 0.011 | 0.0083 |
| n | 11 | 11 | 11 | 11 | 11 |
| 广西壮族自治区分析测试研究中心（二验） | 平均值 | 0.0294 | 0.0581 | **0.343\*\*** | 0.695 | 1.042 |
| s | 0.00038 | 0.0015 | 0.0026 | 0.0072 | 0.036 |
| n | 11 | 11 | 11 | 11 | 11 |
| 长沙矿冶研究院有限责任公司（二验） | 平均值 | 0.0291 | 0.0572 | 0.3116 | 0.6871 | 1.0677 |
| s | 0.0012 | 0.0010 | 0.0073 | 0.0078 | 0.012 |
| n | 11 | 11 | 11 | 11 | 11 |
| 山东恒邦冶炼股份有限公司（二验） | 平均值 | 0.0269 | 0.0534 | 0.3004 | 0.652 | 1.017 |
| s | 0.0012 | 0.0024 | 0.0057 | 0.013 | 0.026 |
| n | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 |
| 峨眉山市峨半高纯材料有限公司（二验） | 平均值 | 0.0296 | 0.0535 | 0.294 | 0.682 | 1.021 |
| s | 0.00030 | 0.00090 | 0.0055 | 0.0048 | 0.0045 |
| n | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 |
| 经检验后参与统计的实验室 | p | 15 | 15 | 14 | 15 | 13 |

3.3.2 各元素r与R的计算

经数据统计和异常值检验后，计算得到各元素的r和R值见表4~6。

表4 ICP-AES测定高镍锍中铅的r和R值

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| m | 0.016 | 0.089 | 0.26 | 0.51 |
| r | 0.002 | 0.007 | 0.02 | 0.03 |
| R | 0.003 | 0.013 | 0.03 | 0.03 |

表5 ICP-AES测定高镍锍中锌的r和R值

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| m | 0.010 | 0.047 | 0.10 | 0.50 |
| r | 0.001 | 0.004 | 0.01 | 0.02 |
| R | 0.002 | 0.007 | 0.01 | 0.02 |

表6 ICP-AES测定高镍锍中砷的r和R值

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| m | 0.029 | 0.057 | 0.31 | 0.68 | 1.04 |
| r | 0.003 | 0.004 | 0.02 | 0.03 | 0.06 |
| R | 0.004 | 0.004 | 0.02 | 0.08 | 0.07 |

3.3.3 重复性和再现性

3.3.3.1重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（*r*），超过重复性限（*r*）的情况不超过5%，重复性限（*r*）按表7数据采用线性内插法或外延法求得。

3.3.3.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（R），超过再现性限（R）的情况不超过5%，再现性限（R）按表7数据采用线性内插法或外延法求得。

由于计算得到的R、r线性存在差异，考虑到验证样品的情况和实际分析测试误差，经审定会专家论证确定r、R值见表7。

**表7重复性限和再现性限**

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *wPb*/% | 0.016 | 0.089 | 0.26 | 0.51 | - |
| r/% | 0.004 | 0.010 | 0.03 | 0.04 | - |
| R/% | 0.006 | 0.015 | 0.04 | 0.06 | - |
| *wZn*/% | 0.010 | 0.047 | 0.10 | 0.50 | - |
| r/% | 0.003 | 0.004 | 0.02 | 0.04 | - |
| R/% | 0.004 | 0.007 | 0.03 | 0.06 | - |
| *wAs*/% | 0.029 | 0.057 | 0.31 | 0.68 | 1.04 |
| r/% | 0.004 | 0.006 | 0.03 | 0.05 | 0.06 |
| R/% | 0.006 | 0.008 | 0.04 | 0.07 | 0.09 |

**四、标准水平分析**

通过查找资料，国内外未见高镍锍中铅锌砷的分析标准。本标准是首次制定，填补了国际、国内高镍锍中铅锌砷分析标准的空白。本标准的制定，补充了现行行业标准《高镍锍化学分析方法》中无铅锌砷含量检测方法的标准，使其更加完善，本标准的发布、实施，对生产单位或贸易双方在高镍锍有害元素检测和镍产品质量控制具有很重要的指导意义。与会代表一致认为本标准的制定和编制过程符合GB/T1.1-2009《标准化工作到则》的编制要求，标准技术先进，具有较强的适用性、科学性和可操作性，达到了？？先进水平。

没有发现有知识产权的问题。

**五、与现行法律、法规、强制性国家标准及相关标准协调配套情况**

本标准为初次制定，本标准的制定符合现行法律、法规等的要求，标准格式规范，填补了现行《高镍锍化学分析方法》标准中无铅锌砷分析方法的空白。

**六、标准中涉及的专利**

无

**七、重大分歧意见的处理经过和依据**

标准制定过程中，无重大分歧意见。

**八、标准作为强制性或推荐性国家（或行业）标准的建议**

建议本标准作为推荐性行业标准。

**九、贯彻标准要求或措施建议**

无。

**十、废止现行有关标准的建议**

本标准为初次制定，无现行有关标准。

**十一、其他应予说明的事项**

本标准的制定，补充了现行行业标准《高镍锍化学分析方法》，使其更加完善，本标准的发布、实施，将规范高镍锍中铅、锌、砷等有害元素的分析检测，对生产单位或贸易双方在有害元素检测和镍产品生产过程的质量控制具有很重要的指导意义，完全满足国内外生产企业和贸易的需求。

标准编制小组

2018年11月