**《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（国家标准）**

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：痕量杂质元素的测定 辉光放电质谱法》（预审稿）。

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 将加工好的样品依次用氢氟酸（5.3）、去离子水、无水乙醇（5.1）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、 精密度

8.1 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。数据分别见表2~表4。

表2 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3 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4 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 | 　 | 　 |

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，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5和表6

表5 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6 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、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。

五、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。

六、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。

七、重大分歧意见的处理和依据

 无。

八、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。

九、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、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。

十一、其它应予说明的事项

无。

十二、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。