|  |
| --- |
|  |
| 锆及锆合金化学分析方法  第 26 部分：合金及杂质元素的测定  电感耦合等离子体原子发射光谱法 |
| 编制说明 |
| （预审稿） |
| 宝钛集团有限公司  宝鸡钛业股份有限公司  2021.9.13 |

锆及锆合金化学分析方法

第 26 部分：合金及杂质元素的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

编制说明

一、工作简况

1. **1.1** 任务来源

根据《国家标准化管理委员会关于下达2020年第二批推荐性国家标准计划的通知》（国标委[2020]37号）的要求，国家标准《锆及锆合金化学分析方法 第26部分：合金及杂质元素的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》制定项目计划编号为20202879-T-610，项目周期为24个月，完成年限为2022年8月。

**1.2** 主要参加单位和工作成员及其所做的工作

宝钛集团有限公司和宝鸡钛业股份有限公司作为标准主编单位，在标准制定过程中负责对锆产品当前和预期检测的需求进行了调研，并对国内该行业各家检测实验室所采用的检测方法情况进行了全面了解，制定了试验方案，进行了试验样品搜集，试验研究和数据分析统计，完成了标准文稿、研究报告和编制说明的撰写，并广泛征求国内同行实验室及相关企业意见。

国核锆铪理化检测有限公司为第一验证单位，在标准制定过程中负责对标准文稿中确定的每一个参数条件进行验证，并对验证样品进行检测，对试验方案、标准征求意见稿、研究报告和编制说明均提出了修改建议，并配合主编单位进行了前期调研和起草过程中的征求意见工作。

国标（北京）检验认证有限公司、西安汉唐分析检测有限公司、宝鸡钛谷新材料检测技术中心有限公司、西部新锆核材料科技有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、国合通用青岛测试中心、广西壮族自治区分析测试研究中心、新疆湘润新材料科技有限公司均为第二验证单位，主要负责对验证样品进行测试，提供不同实验室的比对数据，并对标准征求意见稿提出修改建议。

主要工作成员所负责的工作情况，本标准主要起草人及工作职责见表1。

表1 主要起草人及工作职责

|  |  |
| --- | --- |
| **起草人** | **工作职责** |
|  | 标准工作的整体协调和推进、标准起草前期调研、试验方案的确定、标准文稿的编写、标准编写材料的收集，研究报告及编制说明的修改。 |
|  | 标准起草前期调研、试验方案的确定、试验样品的搜集、标准文稿和研究报告及编制说明的修改。 |
|  | 进行试验方法研究，确定方法的试剂、材料、步骤和条件参数，对试验数据进行统计分析，负责研究报告及编制说明的编写。 |
|  | 对确定的分析方法中各项参数条件、试验步骤以及试剂材料等进行全面验证，对验证样品进行测定，对标准文稿和研究报告提出修改建议。 |
|  | 对验证样品进行测试，客观提供比对试验数据，对标准文稿和研究报告提出修改建议。 |

**1.3** 主要工作过程

1.3.1 预研阶段

2019年8月~2020年2月，宝钛集团有限公司和宝鸡钛业股份有限公司以电话咨询方式，分别向国核宝钛锆业有限公司、西部金属材料股份有限公司、西部新锆核材料科技有限公司调研了锆产品当前和预期检测的需求；同时在此期间，向国标（北京）检验认证有限公司、国核锆铪理化检测有限公司、宁夏东方钽业股份有限公司、西安汉唐分析检测有限公司、西部新锆核材料科技有限公司、广东省科学院工业分析检测中心等同行实验室就锆合金和杂质元素量的检测方法进行了全面调研。

1.3.2 立项阶段

2020年4月，宝钛集团有限公司向国家有色稀有分标委提交了《锆及锆合金化学分析方法 第×部分：合金及杂质元素的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》标准项目建议书、标准草案等材料，经过分标委委员的讨论、同意后，由秘书处上报国标委。

2020年8月7日，《国家标准化管理委员会关于下达2020年第二批推荐性国家标准计划的通知》（国标委[2020]37号）的要求，国家标准《锆及锆合金化学分析方法 第26部分：合金及杂质元素的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》制定项目计划编号为20202879-T-610，完成年限为2022年8月，技术归口单位为全国有色金属标准化技术委员会。

1.3.3 起草阶段

（1）2020年11月3日在桐乡召开的2020年度全国有色标准化委员会年会，经过任务落实，《锆及锆合金化学分析方法 第26部分：合金及杂质元素的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》国家标准由宝钛集团有限公司、宝鸡钛业股份有限公司负责起草，国核锆铪理化检测有限公司为第一验证单位，国标（北京）检验认证有限公司、西安汉唐分析检测有限公司、宝鸡钛谷新材料检测技术中心有限公司、西部新锆核材料科技有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、国合通用青岛测试中心、广西壮族自治区分析测试研究中心为、新疆湘润新材料科技有限公司第二验证单位。

（2）2020年11月15日，成立了标准编制工作组，确定了各成员的工作职能和任务，制定了工作计划和进度安排。

（3）2020年11~12月，编制小组查阅、整理和收集相关文献资料，对GB/T 26314-2010《锆及锆合金牌号和化学成分》、GB/T 13747《锆及锆合金化学分析方法》系列标准进行了深入研究，形成了分析方法的整体研究思路，并开展了试验样品搜集和前期探究性试验等工作。

（4）2021年1月~2021年4月，编制小组完成标准文稿和研究报告，5月份寄送验证样品给国核锆铪理化检测有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、西安汉唐分析检测有限公司、宝鸡钛谷新材料检测技术中心有限公司、西部新锆核材料科技有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、国合通用青岛测试中心、广西壮族自治区分析测试研究中心、新疆湘润新材料科技有限公司进行试验验证。5月31日前完成验证试验。

（5）2021年6月，陆续收到各验证单位的研究报告及反馈意见，对参与验证单位的意见和建议进行汇总处理，对讨论稿进行修改，完善实验报告，撰写编制说明。

（6）2021年7月~9月，根据7月在呼和浩特召开的标委会意见，进行补充试验并将补充试验的验证样品寄送给各家验证单位进行验证。8月30日前完成验证试验。9月完成预审稿，完善实验报告，完善编制说明。

1.3.4 征求意见阶段

1.3.5 审查**阶**段

1.3.6报批阶段

二、标准编制原则

**2.1** **符合性**：标准完全按照GB/T 1.1-2020 《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》、GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》和GB/T 6379.2-2004《测量方法与结果的准确度》的要求进行编制，并且遵守国家安全、卫生、环保等法律、法规的要求。

**2.2 合理性**：本文件中采用电感耦合等离子体原子发射光谱法对海绵锆、锆及锆合金中合金和杂质元素含量进行测定，国内实验室普遍具备此设备能力；经过调研，充分考虑锆产品当前和预期检测的需要，检测范围涵盖了当前锆产品中需检测的对应范围。

**2.3 先进性**：标准制定过程中参阅了大量文献资料，充分借鉴了国内外相关标准中的先进思路和方法，本方法涉及的内容及技术水平不低于当前国际先进水平。

三、标准主要内容的确定依据

**3.1 分析方法的确定**

电感耦合等离子体原子发射光谱法具有分析线性范围宽、检出限低、元素间干扰小、精密度好、仪器操作简便和分析速度快等优点，目前已经在分析检测领域广泛应用。因此本标准采用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定锆及锆合金中合金及杂质成分。

**3.2 元素测定范围确定**

制定锆及锆合金中合金及杂质元素测定范围时，依据GB/T 26314-2010《锆及锆合金牌号和化学成分》及YS/T 397-2015《海绵锆》中各元素含量范围要求，根据试验确定了方法各元素的定量下限，并结合日常检测样品实际情况，最终确定出本标准各元素的测定范围，见表2。

表2元素的测定范围

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 质量分数/ % | 元素 | 质量分数/ % |
| Al | 0.0020~0.10 | Mo | 0.0020~0.10 |
| Be | 0.0010~0.020 | Nb | 0.0050~35.00 |
| Co | 0.00050~0.10 | Ni | 0.0010~0.15 |
| Cu | 0.0020~0.10 | Na | 0.0010～0.10 |
| Cr | 0.0010~0.50 | Pb | 0.0020～0.10 |
| Ca | 0.0020～0.10 | Si | 0.0020～0.10 |
| Fe | 0.0050~0.50 | Sn | 0.0050～4.00 |
| Ge | 0.0050~0.10 | Ta | 0.0020~0.10 |
| Hf | 0.0020~5.00 | Ti | 0.0020～0.10 |
| K | 0.0020~0.020 | V | 0.0020～0.10 |
| Li | 0.00010~0.0010 | W | 0.0020～0.10 |
| Mn | 0.0010~0.10 | Zn | 0.0010~0.10 |
| Mg | 0.0010~0.10 | / | / |

**3.3 试样溶解方式确定**

采用硫酸和硫酸铵、氢氟酸-硝酸两种溶解方式进行溶解试验。硫酸和硫酸铵溶解样品时间较长，冷却后溶液表面会漂浮少量黄色硫粉，同时需高温加热条件下进行且硫酸量过大，溶液粘稠，对样品雾化效率及提升都有严重影响。氢氟酸-硝酸溶解方式也可以对以上锆合金进行溶解，在常温下进行，反应迅速。最终确定溶解方式是将试料置于250 mL塑料烧杯中，加入5 mL～10 mL水，分次加入2 mL氢氟酸，待溶解反应停止，滴加1 mL～2 mL硝酸，至试料溶解完全且溶液清亮；若部分试料溶解不完全，可以采用低温加热(≤70 ℃)溶解。

**3.4 分析谱线的选择**

分别配制基体溶液和各元素单标溶液，将配制的基体溶液和各元素单标溶液喷入仪器，获得各单标溶液在预先选择的所有分析谱线处的光谱图。对谱图中各元素谱线的信噪比、灵敏度、受基体和其他元素干扰的情况进行了分析，并按照信噪比高、灵敏度适中、受干扰程度小的原则对待测元素分析谱线进行了选择，推荐谱线见表3。

表3元素分析谱线

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 分析谱线/nm | 可能的干扰元素 | 元素 | 分析谱线/nm | 可能的干扰元素 |
| Al | 394.401 | Nb | Ni | 231.604 | Zr |
| 167.078 | / | 221.648 | Zr Nb |
| Co | 230.786 | Zr Nb | Nb | 269.706 | Zr |
| 238.892 | Zr Fe | 309.418 | / |
| Cr | 205.618 | Zr | 316.340 | / |
| 267.716 | Zr Nb | Si | 251.611 | Nb |
| Cu | 324.752 | Nb | 212.412 | Nb |
| 224.700 | Nb | Sn | 242.170 | Zr |
| Fe | 238.204 | / | 189.927 | Zr |
| 259.939 | Nb | 175.790 | Nb |
| Hf | 264.141 | / | Ti | 336.121 | Zr Nb |
| 232.247 | / | 334.940 | Zr Nb Hf |
| Mg | 280.271 | / | V | 309.310 | Nb |
| 279.553 | / | 290.880 | Nb |
| Mn | 257.610 | Zr Nb | W | 207.912 | Nb Hf |
| 259.372 | Nb | Pb | 220.353 | Zr Nb |
| Mo | 202.031 | Zr Nb | 168.215 | Zr Nb |
| 202.095 | Nb | Ca | 393.366 | Zr |
| Zn | 213.856 | Zr | 317.933 | / |
| 206.200 | / | Ta | 240.063 | Hf |
| 202.613 | / | Na | 589.592 | Zr |
| K | 766.491 | / | Li | 670.780 | / |
| Ge | 303.907 | / | Be | 313.042 | / |
| 219.871 | / | / | / | / |

**3.5 基体和合金成分对测定结果的影响试验**

3.5.1 基体效应和基体干扰试验

分别称取0、0.1953g氯氧化锆(其中锆含量为0.1g)、0.9763g氯氧化锆(其中锆含量为0.5g) 、 1.953g氯氧化锆(其中锆含量为1.0g) 1.2.6，按试液制备方法进行溶解，待反应完全后分别加入100µg铝、钴、铬、铜、铁、铪、镁、锰、钼、镍、铌、硅、锡、钛、钒、钨、钽、铅、钠、锌、钙、锂、铍、钾、锗标准溶液，用水稀释至100mL，混匀，并随同试样做试剂、基体空白试验，于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，在各元素选定的波长处，测定上述不同基体溶液中各元素的净发射强度并进行比较，结果见表4。

表4 不同基体量下各元素的强度值  **（cps）**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 无基体 | 0.1g基体 | 0.5g基体 | 1.0g基体 |
| Al394.401nm | 329451.2 | 32158.1 | 31304.7 | 30456.3 |
| Co230.786nm | 19975.6 | 19257.4 | 18533.5 | 17945.2 |
| Cr205.618nm | 18712.4 | 18013.5 | 17430.2 | 17012.5 |
| Cu224.700nm | 16875 | 16025.4 | 15776.8 | 15264.1 |
| Fe238.204nm | 35338.2 | 33591.2 | 31330.8 | 29551 |
| Hf264.141nm | 14086.4 | 13372.3 | 11268.5 | 10093.4 |
| Mg280.271nm | 598741.2 | 567646.4 | 565962.2 | 564123.9 |
| Mn257.610nm | 105423.1 | 103421.5 | 101070 | 97895 |
| Mo202.095nm | 16987.4 | 16510.2 | 16063.8 | 15894.1 |
| Ni231.604nm | 13634.4 | 13448 | 13137 | 12856 |
| Nb269.706nm | 2107 | 1967 | 1893 | 1806 |
| Si251.611nm | 12314.8 | 12056.1 | 11896.8 | 11621.3 |
| Sn242.170nm | 446.9 | 401.8 | 377.7 | 284.5 |
| Sn175.790nm | 1154.7 | 1089.4 | 971.3 | 890.6 |
| Ti336.121nm | 337932 | 334396.4 | 332336.9 | 328825 |
| W207.912nm | 5012.3 | 4786.4 | 4633.8 | 4546.3 |
| V309.310nm | 213564 | 202546 | 194964 | 194089 |
| Pb220.353nm | 6845.9 | 6781.1 | 6525.0 | 6103.8 |
| Ta240.063nm | 5523.8 | 5346.2 | 5105.5 | 4876.2 |
| Na589.592nm | 72056.1 | 71895.4 | 70576.5 | 69765.2 |
| Zn213.856nm | 82569.4 | 81876.5 | 80950.6 | 79456.2 |
| Ca393.366nm | 14112568 | 14105862 | 14064812 | 14059875 |
| K766.491nm | 24114.3 | 20156 | 19540 | 18134 |
| Li670.780nm | 443923.7 | 43923.9 | 40876 | 39143 |
| Be313.042nm | 11007870 | 10713877 | 10532893 | 10267439 |
| Ge303.907nm | 32083.1 | 30176.3 | 29345.8 | 28453 |

通过表4可看出，随着基体量的增加，各元素发射强度均出现随基体量的增大强度值逐渐变小，充分说明基体对待测元素测定结果存在影响。因此，在做空白试验和绘制工作曲线时均需进行基体匹配。

3.5.2合金效应和合金干扰试验

为了验证锆合金中合金成分对待测元素测定结果的影响，尤其对杂质元素接近标准测定范围下限时测定结果的影响。参照Zr-30Nb产品标准中合金成分的含量，按照0.50g称样量，用氯氧化锆和铌的标准溶液模拟合成了Zr-30Nb(4%Hf)样品，并在其中均加入了接近标准测定范围下限含量2倍的各杂质元素标准溶液，试验中各元素校准点见表5，试验结果见表6。

表5 合金效应和合金干扰试验用工作曲线中各元素校准点  质量分数 /%

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 校准点1 | 校准点2 | 校准点3 | 校准点4 |
| Al | 0 | 0.0020 | 0.0050 | 0.010 |
| Co | 0 | 0.0010 | 0.0050 | 0.010 |
| Cr | 0 | 0.0010 | 0.0050 | 0.010 |
| Fe | 0 | 0.0050 | 0.010 | 0.050 |
| Mg | 0 | 0.0010 | 0.0050 | 0.010 |
| Mn | 0 | 0.0010 | 0.0050 | 0.010 |
| Mo | 0 | 0.0020 | 0.0050 | 0.010 |
| Nb | 0 | 0.0050 | 0.050 | 0.10 |
| Ni | 0 | 0.0010 | 0.0050 | 0.010 |
| Si | 0 | 0.0050 | 0.010 | 0.050 |
| Sn | 0 | 0.0050 | 0.050 | 0.10 |
| Ti | 0 | 0.0020 | 0.0050 | 0.010 |
| V | 0 | 0.0020 | 0.0050 | 0.010 |
| Pb | 0 | 0.0020 | 0.010 | 0.050 |

表6 合成样品Zr-30Nb中各元素测定结果及回收率

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 加入量/ug | 对应质量分数/% | 基体匹配工作曲线 | | 基体和合金成分匹配工作曲线 | |
| 测得值/% | 回收率/% | 测得值/% | 回收率/% |
| Al394.401nm | 20.0 | 0.0040 | 0.00481 | 120.2 | 0.00382 | 95.5 |
| Co238.892nm | 10.0 | 0.0020 | 0.0006 | 30.0 | 0.00214 | 107.0 |
| Cr267.716nm | 10.0 | 0.0020 | 0.00188 | 94.2 | 0.00194 | 97.0 |
| Fe238.204nm | 50.0 | 0.010 | 0.00675 | 67.5 | 0.01122 | 112.2 |
| Mg280.271nm | 10.0 | 0.0020 | 0.00223 | 111.5 | 0.00204 | 101.8 |
| Mn 257.610nm | 10.0 | 0.0020 | 0.00202 | 101.0 | 0.00207 | 103.5 |
| Mo 202.095nm | 20.0 | 0.0040 | 0.00505 | 126.2 | 0.0042 | 105.0 |
| Ni231.604nm | 10.0 | 0.0020 | 0.00200 | 100.2 | 0.00206 | 102.9 |
| Si 251.611nm | 50.0 | 0.010 | 0.00910 | 91.0 | 0.00101 | 101.0 |
| Sn242.170nm | 50.0 | 0.010 | 未检出 | 0 | 0.00909 | 90.90 |
| Ti336.121nm | 20.0 | 0.0040 | 未检出 | 0 | 0.00370 | 92.50 |
| V309.310nm | 20.0 | 0.0040 | 0.00383 | 95.8 | 0.00385 | 96.20 |
| Pb 220.353nm | 20.0 | 0.0040 | 0.00486 | 121.5 | 0.00426 | 106.5 |

通过表6可看出，仅在实现基体匹配的工作曲线下，只有Cr、Mn、Ni、Si、V五种元素的回收率在90%~105%之间，其他元素的回收率均不在90%~115%范围内；但在基体和合金成分均进行匹配的工作曲线下，各元素的回收率均在90%~110%范围；说明只有在基体和合金成分均进行匹配的工作曲线下才可以实现各元素的准确测定。

**3.6 定量下限的确定**

称取一组0.9763 g氯氧化锆(其中锆含量为0.5 g)，先加入5 mL～10 mL水，依次加入2 mL氢氟酸和2 mL硝酸至试料溶解完全且溶液清亮，稀释至100 mL，并绘制定量下限测定用工作曲线。基体空白溶液连续进行11次测定，计算各元素测定结果的标准偏差(SD)，以10倍标准偏差(10SD)作为各元素定量下限，将各元素定量下限与测定范围下限进行比较，结果见表7。

表7 定量下限测定结果 /%

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素（谱线nm) | SD | 定量下限10SD | 标准测定范围下限 |
| Al 394.401 | 0.000073 | 0.00073 | 0.0010 |
| Ca 393.366 | 0.000037 | 0.00037 | 0.0020 |
| Co230.786 | 0.00003 | 0.0003 | 0.00050 |
| Cr 267.716 | 0.000056 | 0.00056 | 0.0010 |
| Cu 224.700 | 0.000033 | 0.00033 | 0.0020 |
| Fe 238.204 | 0.000023 | 0.00023 | 0.0050 |
| Hf 264.141 | 0.000084 | 0.00084 | 0.0050 |
| Mg 279.553 | 0.0000027 | 0.000027 | 0.0010 |
| Mn 257.611 | 0.000012 | 0.00012 | 0.0010 |
| Mo 202.095 | 0.000018 | 0.00018 | 0.0020 |
| Na 589.592 | 0.000064 | 0.00064 | 0.0010 |
| Nb 269.706 | 0.00048 | 0.0048 | 0.0050 |
| Ni 231.604 | 0.000015 | 0.00015 | 0.0010 |
| Pb 220.353 | 0.000068 | 0.00068 | 0.0020 |
| Si 251.612 | 0.00011 | 0.0011 | 0.0020 |
| Sn 242.170 | 0.00044 | 0.0044 | 0.0050 |
| Sn 175.790 | 0.00019 | 0.0019 | 0.0050 |
| Ta 240.063 | 0.000081 | 0.00081 | 0.0020 |
| Ti 336.121 | 0.000076 | 0.00076 | 0.0010 |
| V 309.311 | 0.0000098 | 0.000098 | 0.0010 |
| W 207.911 | 0.000040 | 0.00040 | 0.0020 |
| Zn 213.856 | 0.000050 | 0.00050 | 0.0010 |
| K766.491 | 0.000078 | 0.00078 | 0.0020 |
| Li670.780 | 0.0000042 | 0.000042 | 0.00010 |
| Be313.042 | 0.000069 | 0.00069 | 0.0010 |
| Ge303.907 | 0.00024 | 0.0024 | 0.0050 |

**3.7 精密度试验**

本研究在确定的试验条件下，针对标准中每一种元素测定范围内的不同元素含量，进行了精密度试验。此次共涉及锆合金样品14个，包括9个合成样品（见表9）和5个（Zr-0、Zr-2、705C、M5、Zr-30Nb）牌号的生产样品，具体试验结果见表10～表19。Zr-0作为基体，其中Hf含量为0.005%、Fe含量为0.003%，成分含量见表8。

表8 Zr-0中各元素含量

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 测定11次平均值/% | 元素 | 测定11次平均值/% | 元素 | 测定11次平均值/% |
| Hf | 0.005 | Mo | ＜0.0001 | Zn | ＜0.0001 |
| Fe | 0.003 | Na | ＜0.0001 | Ni | ＜0.0001 |
| Si | ＜0.005 | Nb | ＜0.0001 | Ti | ＜0.0001 |
| Ca | ＜0.001 | Pb | ＜0.0001 | Al | ＜0.0001 |
| Co | ＜0.0001 | Sn | ＜0.0005 | Cr | ＜0.0001 |
| Cu | ＜0.0001 | Ta | ＜0.0001 | W | ＜0.0001 |
| Mg | ＜0.0002 | V | ＜0.0001 | Mn | ＜0.0001 |
| K | ＜0.0001 | Li | ＜0.0001 | Be | ＜0.0001 |
| Ge | ＜0.0001 | / | / | / | / |

表9 合成样品信息

|  |  |
| --- | --- |
| 编号 | 合成样品信息 |
| 1# | 准确称取0.5000g Zr-0样品于250mL聚四氟乙烯烧杯中，加入铌和锡固体含量为0.010%、铬和镍固体含量为0.002%时需对应加入各元素标准溶液，按照本试验确定的试液制备方法制备成待测试液。 |
| 2# | 准确称取0.5000g Zr-0样品于250mL聚四氟乙烯烧杯中，加入铌和锡固体含量为0.20%、铪固体含量为0.050%、镍固体含量为0.010%时需对应加入各元素标准溶液，按照本试验确定的试液制备方法制备成待测试液。 |
| 3# | 准确称取0.5000g Zr-0样品于250mL聚四氟乙烯烧杯中，铪固体含量为0.50%时需对应加入铪元素标准溶液，按照本试验确定的试液制备方法制备成待测试液。 |
| 4# | 准确称取0.5000g Zr-2样品于250mL聚四氟乙烯烧杯中，加入锡固体含量为2.0%、铁固体含量为0.30%、镍固体含量为0.10%、铬固体含量为0.35%时需对应加入各元素标准溶液，按照本试验确定的试液制备方法制备成待测试液。 |
| 5# | 准确称取0.5000g Zr-0样品于250mL聚四氟乙烯烧杯中，加入铌固体含量为15.0%时需对应加入铌元素标准溶液，按照本试验确定的试液制备方法制备成待测试液。 |
| 6# | 准确称取0.5000g Zr-0样品于250mL聚四氟乙烯烧杯中，加入各元素（除铪、铌、锡、铁、铬、镍）测定范围下限2倍含量需对应加入的各元素标准溶液，按照本试验确定的试液制备方法制备成待测试液。 |
| 7# | 准确称取0.5000g Zr-0样品于250mL聚四氟乙烯烧杯中，分别加入钴、镁、锰、钠、锌固体含量为0.010%，铝、铜、钼、钽、铅、钛、钒、钨、钙固体含量为0.020%，硅固体含量为0.030%时需对应加入各元素标准溶液，按照本试验确定的试液制备方法制备成待测试液。 |
| 8# | 准确称取0.5000g Zr-0样品于250mL聚四氟乙烯烧杯中，加入各元素（除铪、铌、锡、铁、铬、镍）固体含量为0.050%时需对应加入的各元素标准溶液，按照本试验确定的试液制备方法制备成待测试液。 |
| 9# | 准确称取0.5000g Zr-0样品于250mL聚四氟乙烯烧杯中，加入各元素（除铪、铌、锡、铁、铬、镍）固体含量为0.080%时需对应加入的各元素标准溶液，按照本试验确定的试液制备方法制备成待测试液。 |
| 补充试验1# | 准确称取0.5000g Zr-0样品于250mL聚四氟乙烯烧杯中，加入锂固体含量为0.00020%、铍固体含量为0.0020%，钾固体含量为0.0040%、锗固体含量为0.010%时需对应加入各元素标准溶液，按照本研究确定的试液制备方法制备成待测试液。 |
| 补充试验2# | 准确称取0.5000g Zr-0样品于250mL聚四氟乙烯烧杯中，加入锂固体含量为0.00050%、铍和钾固体含量为0.010%、锗固体含量为0.050%时需对应加入各元素标准溶液，按照本研究确定的试液制备方法制备成待测试液。 |
| 补充试验3# | 准确称取0.5000g Zr-0样品于250mL聚四氟乙烯烧杯中，加入锂固体含量为0.00080%、铍和钾固体含量为0.018%、锗固体含量为0.080%时需对应加入各元素标准溶液，按照本研究确定的试液制备方法制备成待测试液。 |

表10 铪元素的精密度试验结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 试样编号 | 铪元素  含量 | 试料量/g | 谱线/nm | 精密度试验 | | | |
| 测定结果/% | 平均值/% | SD/% | RSD/% |
| Zr-0 | 0.0045 | 0.50 | 264.141 | 0.00429、0.00448、0.00438、0.00457、0.00443、0.00445、0.00453、0.00451、0.00433、0.00447、0.00467 | 0.00446 | 0.00011 | 2.47 |
| 合成样2# | 0.055 | 0.50 | 264.141 | 0.0541、0.0546、0.0561、0.0571、0.0552、0.0549、0.0549、0.0546、0.0556、0.0561、0.0552 | 0.0553 | 0.00085 | 1.54 |
| 合成样3# | 0.50 | 0.50 | 264.141 | 0.498、0.501、0.498、0.505、0.508、0.510、  0.491、0.495、0.501、0.503、0.507 | 0.502 | 0.0058 | 1.16 |
| 705C | 2.0 | 0.50 | 264.141 | 2.011、2.100、1.998、1.989、2.042、2.085、  2.036、2.054、1.947、1.978、2.042 | 2.026 | 0.046 | 2.27 |
| Zr-30Nb | 4.8 | 0.50 | 264.141 | 4.617、4.621、4.665、4.649、4.595、4.668、  4.592、4.672、4.670、4.636、4.679 | 4.642 | 0.032 | 0.69 |

表11 铌元素的精密度试验结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 试样编号 | 铌元素含量 | 试料量/g | 谱线/nm | 精密度试验 | | | |
| 测定结果/% | 平均值/% | SD/% | RSD/% |
| 合成样1# | 0.010 | 0.50 | 269.706 | 0.00985、0.00995、0.0105、0.0102、0.00985、0.00952、0.0101、0.0102、0.0100、0.00997、0.00978 | 0.0100 | 0.00026 | 2.60 |
| 合成样2# | 0.20 | 0.50 | 269.706 | 0.201、0.208、0.198、0.194、0.195、0.201、0.189、0.203、0.201、0.203、0.198 | 0.199 | 0.0052 | 2.61 |
| M5 | 1.0 | 0.50 | 269.706 | 0.998、0.965、0.974、1.021、1.042、0.987、1.025、0.985、1.036、0.994、1.054 | 1.007 | 0.030 | 2.98 |
| 705C | 2.0 | 0.50 | 269.706 | 1.985、1.958、2.014、2.019、1.978、1.968、1.998、2.035、2.064、2.014、2.025 | 2.005 | 0.031 | 1.55 |
| 合成样5# | 15.0 | 0.50 | 269.706 | 15.023、14.952、14.963、15.102、14.985、14.786、14.923、14.872、15.102、15.241、15.236 | 15.017 | 0.14 | 0.93 |
| Zr-30Nb | 30.0 | 0.10 | 269.706 | 29.961、29.919、30.138、29.829、30.073、29.886、30.152、30.016、30.101、29.921、29.819 | 29.987 | 0.122 | 0.41 |

表12 锡元素的精密度试验结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 试样编号 | 锡元素  含量 | 试料量/g | 谱线/nm | 精密度试验 | | | |
| 测定结果/% | 平均值/% | SD/% | RSD/% |
| 合成样1# | 0.010 | 0.50 | 242.170 | 0.0101、0.00986、0.00999、0.0102、0.00976、0.00988、0.0103、0.0104、0.00991、0.00965、0.0102 | 0.0100 | 0.00024 | 2.40 |
| 合成样2# | 0.20 | 0.50 | 242.170 | 0.201、0.205、0.199、0.196、0.204、0.198、0.207、0.198、0.201、0.196、0.202 | 0.201 | 0.0036 | 1.79 |
| Zr-2 | 1.40 | 0.50 | 242.170 | 1.391、1.399、1.389、1.394、1.396、1.406、1.402、1.389、1.391、1.396、1.405 | 1.396 | 0.0061 | 0.44 |
| 合成样4# | 3.40 | 0.50 | 242.170 | 3.401、3.426、3.398、3.387、3.408、3.405、3.402、3.395、3.405、3.402、3.389 | 3.402 | 0.010 | 0.29 |

表13 铁元素的精密度试验结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 试样编号 | 铁元素  含量 | 试料量/g | 谱线/nm | 精密度试验 | | | |
| 测定结果/% | 平均值/% | SD/% | RSD/% |
| M5 | 0.030 | 0.50 | 238.204 | 0.0301、0.0294、0.0298、0.0298、0.0294、0.0296、0.0305、0.0304、0.0298、0.0296、0.0302 | 0.0299 | 0.00038 | 1.27 |
| 705C | 0.090 | 0.50 | 238.204 | 0.0896、0.0895、0.0901、0.0884、0.0895、0.0897、0.0901、0.0903、0.0897、0.0900、0.0904 | 0.0898 | 0.00055 | 0.61 |
| Zr-2 | 0.14 | 0.50 | 238.204 | 0.135、0.135、0.137、0.136、0.134、0.138、0.133、0.134、0.135、0.134、0.134 | 0.135 | 0.0015 | 1.11 |
| 合成样4# | 0.44 | 0.50 | 238.204 | 0.442、0.438、0.439、0.442、0.445、0.441、0.433、0.437、0.444、0.435、0.446 | 0.440 | 0.0042 | 0.95 |

表14 铬元素的精密度试验结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 试样编号 | 铬元素  含量 | 试料量/g | 谱线/nm | 精密度试验 | | | |
| 测定结果/% | 平均值/% | SD/% | RSD/% |
| 合成样1# | 0.002 | 0.50 | 267.716 | 0.00207、0.00204、0.00202、0.00195、0.00198、0.00191、0.00199、0.00205、0.00194、0.00198、0.00193 | 0.00198 | 0.000052 | 2.62 |
| 705C | 0.0085 | 0.50 | 267.716 | 0.0085、0.0086、0.0086、0.0085、0.0086、0.0085、0.0085、0.0084、0.0084、0.0084、0.0084 | 0.0085 | 0.0001 | 1.18 |
| Zr-2 | 0.090 | 0.50 | 267.716 | 0.0904、0.0909、0.0885、0.0907、0.0896、0.0902、0.0911、0.0909、0.0897、0.0897、0.0896 | 0.0901 | 0.00078 | 0.86 |
| 合成样4# | 0.45 | 0.50 | 267.716 | 0.441、0.431、0.433、0.441、0.436、0.442、0.442、0.443、0.440、0.439、0.438 | 0.439 | 0.0039 | 0.89 |

表15镍元素的精密度试验结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 试样编号 | 镍元素含量 | 试料量/g | 谱线/nm | 精密度试验 | | | |
| 测定结果/% | 平均值/% | SD/% | RSD/% |
| 合成样1# | 0.002 | 0.50 | 231.604 | 0.00207、0.00206、0.00201、0.00198、0.00192、0.00189、0.00199、0.00205、0.00194、0.00202、0.00198 | 0.00199 | 0.000058 | 2.91 |
| 合成样2# | 0.010 | 0.50 | 231.604 | 0.0100、0.00998、0.0101、0.0104、0.00968、0.00958、0.0103、0.0102、0.00982、0.0103、0.00967 | 0.0100 | 0.00028 | 2.80 |
| Zr-2 | 0.050 | 0.50 | 231.604 | 0.0505、0.0500、0.0486、0.0502、0.0497、0.0503、0.0507、0.0501、0.0503、0.0498、0.0510 | 0.0501 | 0.00063 | 1.26 |
| 合成样4# | 0.15 | 0.50 | 231.604 | 0.151、0.149、0.150、0.151、0.149、0.150、0.148、0.146、0.148、0.152、0.150 | 0.149 | 0.0017 | 1.14 |

表16 杂质元素（合成样6）精密度试验结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 元素加入量/μg | 分析谱线/nm | 称样量/g | 测定值/% | 平均值/% | SD/% | RSD/% |
| Co | 10 | 230.786 | 0.50 | 0.00203 、0.00207 、0.00195 、0.00215 、0.00201 、0.00205 0.00194 、0.00217 、0.00209 、0.00198 、0.00195 | 0.00204 | 0.000079 | 3.87 |
| Mg | 10 | 280.271 | 0.50 | 0.00208 、0.00203 、0.00197 、0.00215 、0.00211 、0.00196 、0.00216 、0.00199 、0.00202 、0.00199 、0.00207 | 0.00205 | 0.000071 | 3.46 |
| Mn | 10 | 257.611 | 0.50 | 0.00202 、0.00192 、0.00207 、0.00203 、0.00195 、0.00201 0.00198 、0.00200 、0.00205 、0.00193 、0.00209 | 0.00200 | 0.000056 | 2.80 |
| Na | 10 | 589.892 | 0.50 | 0.00192 、0.00207 、0.00196 、0.00203 、0.00209 、0.00197 0.00199 、0.00206 、0.00198 、0.00212 、0.00198 | 0.00202 | 0.000063 | 3.12 |
| Zn | 10 | 213.856 | 0.50 | 0.00201 、0.00212 、0.00193 、0.00201 、0.00197 、0.00203 0.00202 、0.00190 、0.00203 、0.00210 、0.00197 | 0.00201 | 0.000065 | 3.23 |
| Al | 20 | 394.401 | 0.50 | 0.00402 、0.00407 、0.00391 、0.00406 、0.00395 、0.00403 0.00398 、0.00400 、0.00415 、0.00389 、0.00413 | 0.00402 | 0.000083 | 2.06 |
| Cu | 20 | 224.700 | 0.50 | 0.00405 、0.00403 、0.00396 、0.00391 、0.00403 、0.00399 0.00408 、0.00409 、0.00399 、0.00396 、0.00401 | 0.00401 | 0.000054 | 1.35 |
| Mo | 20 | 202.095 | 0.50 | 0.00397 、0.00392 、0.00410 、0.00407 、0.00398 、0.00406 0.00396 、0.00398 、0.00403 、0.00406 、0.00400 | 0.00401 | 0.000056 | 1.40 |
| Ta | 20 | 240.063 | 0.50 | 0.00392 、0.00395 、0.00410 、0.00407 、0.00410 、0.00413 0.00395 、0.00399 、0.00394 、0.00406 、0.00407 | 0.00403 | 0.000076 | 1.89 |
| Pb | 20 | 220.353 | 0.50 | 0.00407 、0.00410 、0.00402 、0.00395 、0.00400 、0.00402 0.00398 、0.00415 、0.00401 、0.00392 、0.00413 | 0.00403 | 0.000073 | 1.81 |
| Ti | 20 | 334.940 | 0.50 | 0.00398 、0.00392 、0.00406 、0.00401 、0.00406 、0.00393 0.00402 、0.00399 、0.00399 、0.00401 、0.00405 | 0.00400 | 0.000047 | 1.18 |
| V | 20 | 309.311 | 0.50 | 0.00397 、0.00398 、0.00410 、0.00388 、0.00409 、0.00392 0.00402 、0.00407 、0.00398 、0.00403 、0.00394 | 0.00400 | 0.000071 | 1.78 |
| W | 20 | 207.912 | 0.50 | 0.00409、0.00395 、0.00392 、0.00401 、0.00413 、0.00411 0.00396 、0.00399 、0.00403 、0.00405 、0.00392 | 0.00401 | 0.000074 | 1.85 |
| Ca | 20 | 393.366 | 0.50 | 0.00390 、0.00405 、0.00411 、0.00399 、0.00407 、0.00394 0.00402 、0.00410 、0.00403 、0.00399 、0.00409 | 0.00403 | 0.000067 | 1.66 |
| Si | 50 | 251.611 | 0.50 | 0.01030 、0.00980 、0.00900 、0.01000 、0.01010 、0.010500.01020 、0.00990 、0.00920 、0.00980 、0.01030 | 0.00992 | 0.000462 | 4.66 |

表17 杂质元素（合成样7）精密度试验结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 元素加入量/μg | 分析谱线/nm | 称样量/g | 测定值/% | 平均值/% | SD/% | RSD/% |
| Co | 50 | 230.786 | 0.50 | 0.0102、0.0097、0.0106、0.0095、0.0099、0.0102、0.0100、0.0106、0.0107、0.0095、0.0098 | 0.0101 | 0.00043 | 4.26 |
| Mg | 50 | 280.271 | 0.50 | 0.0105、0.0095、0.0094、0.0104、0.0100、0.0102、0.0096、0.0098、0.0104、0.0109、0.0099 | 0.0101 | 0.00047 | 4.65 |
| Mn | 50 | 257.611 | 0.50 | 0.0095、0.0103、0.0100、0.0099、0.0095、0.0095、0.0102、0.0098、0.0094、0.0108、0.0099 | 0.0099 | 0.00043 | 4.34 |
| Na | 50 | 589.892 | 0.50 | 0.0103、0.0100、0.0104、0.0095、0.0097、0.0097、0.0103、0.0105、0.0109、0.0098、0.0096 | 0.0101 | 0.00045 | 4.46 |
| Zn | 50 | 213.856 | 0.50 | 0.0098、0.0093、0.0106、0.0102、0.0095、0.0099、0.0098、0.0106、0.0100、0.0098、0.0092 | 0.0099 | 0.00046 | 4.65 |
| Al | 100 | 394.401 | 0.50 | 0.0206、0.0200、0.0203、0.0198、0.0193、0.0206、0.0200、0.0198、0.0196、0.0204、0.0201 | 0.0200 | 0.00041 | 2.05 |
| Cu | 100 | 224.700 | 0.50 | 0.0195、0.0197、0.0192、0.0201、0.0206、0.0193、0.0206、0.0209、0.0193、0.0204、0.0202 | 0.0200 | 0.00061 | 3.05 |
| Mo | 100 | 202.095 | 0.50 | 0.0202、0.0198、0.0204、0.0191、0.0199、0.0196、0.0201、0.0204、0.0193、0.0197、0.0199 | 0.0199 | 0.00042 | 2.11 |
| Ta | 100 | 240.063 | 0.50 | 0.0200、0.0195、0.0197、0.0194、0.0203、0.0201、0.0199、0.0198、0.0202、0.0193、0.0196 | 0.0198 | 0.00033 | 1.67 |
| Pb | 100 | 220.353 | 0.50 | 0.0199、0.0193、0.0199、0.0192、0.0201、0.0206、0.0201、0.0194、0.0199、0.0202、0.0206 | 0.0199 | 0.00047 | 2.36 |
| Ti | 100 | 334.940 | 0.50 | 0.0196、0.0195、0.0199、0.0193、0.0194、0.0197、0.0198、0.0192、0.0195、0.0194、0.0197 | 0.0195 | 0.00022 | 1.13 |
| V | 100 | 309.311 | 0.50 | 0.0205、0.0201、0.0203、0.0199、0.0198、0.0196、0.0199、0.0196、0.0192、0.0201、0.0203 | 0.0199 | 0.00038 | 1.91 |
| W | 100 | 207.912 | 0.50 | 0.0200、0.0198、0.0204、0.0191、0.0199、0.0196、0.0201、0.0204、0.0193、0.0197、0.0199 | 0.0198 | 0.00041 | 2.07 |
| Ca | 100 | 393.366 | 0.50 | 0.0198、0.0196、0.0192、0.0202、0.0206、0.0193、0.0206、0.0209、0.0195、0.0204、0.0202 | 0.0200 | 0.00058 | 2.90 |
| Si | 150 | 251.611 | 0.50 | 0.0308、0.0302、0.0305、0.0301、0.0293、0.0307、0.0308、0.0295、0.0304、0.0304、0.0313 | 0.0304 | 0.00058 | 1.91 |

表18 杂质元素（合成样8）精密度试验结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 元素加入量/μg | 分析谱线/nm | 称样量/g | 测定值/% | 平均值/% | SD/% | RSD/% |
| Co | 250 | 230.786 | 0.50 | 0.0509 、0.0501 、0.0503 、0.0504 、0.0507 、0.0493 、0.0503 、0.0507 、0.0499 、0.0504 、0.0512 | 0.0504 | 0.00051 | 1.02 |
| Mg | 250 | 280.271 | 0.50 | 0.0500 、0.0507 、0.0504 、0.0513 、0.0503 、0.0517 、0.0503 、0.0493 、0.0505 、0.0512 、0.0504 | 0.0506 | 0.00066 | 1.30 |
| Mn | 250 | 257.611 | 0.50 | 0.0496 、0.0503 、0.0498 、0.0505 、0.0503 、0.0495 、0.0501 、0.0510 、0.0497 、0.0490 、0.0496 | 0.0499 | 0.00056 | 1.12 |
| Na | 250 | 589.892 | 0.50 | 0.0499 、0.0504 、0.0491 、0.0498 、0.0496 、0.0496 、0.0503 、0.0492 、0.0499 、0.0503 、0.0495 | 0.0498 | 0.00044 | 0.88 |
| Zn | 250 | 213.856 | 0.5 | 0.0503 、0.0492 、0.0501 、0.0496 、0.0514 、0.0501 、0.0493 、0.0485 、0.0507 、0.0503 、0.0514 | 0.0501 | 0.00090 | 1.80 |
| Al | 250 | 394.401 | 0.50 | 0.0500 、0.0513 、0.0501 、0.0503 、0.0489 、0.0505 、0.0512 、0.0504 、0.0513 、0.0495 、0.0498 | 0.0503 | 0.00076 | 1.51 |
| Cu | 250 | 224.700 | 0.50 | 0.0499 、0.0503 、0.0487 、0.0496 、0.0502 、0.0495 、0.0484 、0.0512 、0.0497 、0.0493 、0.0505 | 0.0498 | 0.00080 | 1.61 |
| Mo | 250 | 202.095 | 0.50 | 0.0502 、0.0494 、0.0506 、0.0504 、0.0512 、0.0506 、0.0493 、0.0496 、0.0509 、0.0503 、0.0504 | 0.0503 | 0.00061 | 1.21 |
| Ta | 250 | 240.063 | 0.50 | 0.0496 、0.0504 、0.0497 、0.0498 、0.0496 、0.0486 、0.0503 、0.0492 、0.0485 、0.0503 、0.0495 | 0.0496 | 0.00064 | 1.29 |
| Pb | 250 | 220.353 | 0.50 | 0.0503 、0.0492 、0.0495 、0.0498 、0.0496 、0.0493 、0.0503 、0.0492 、0.0498 、0.0503 、0.0492 | 0.0497 | 0.00045 | 0.91 |
| Ti | 250 | 334.940 | 0.50 | 0.0499 、0.0505 、0.0493 、0.0508 、0.0493 、0.0498 、0.0491 、0.0492 、0.0495 、0.0487 、0.0498 | 0.0496 | 0.00062 | 1.25 |
| V | 250 | 309.311 | 0.50 | 0.0501 、0.0509 、0.0501 、0.0504 、0.0493 、0.0503 、0.0502 、0.0492 、0.0504 、0.0503 、0.0502 | 0.0501 | 0.00049 | 0.98 |
| W | 250 | 207.912 | 0.50 | 0.0493 、0.0497 、0.0492 、0.0491 、0.0496 、0.0495 、0.0499 、0.0501 、0.0493 、0.0494 、0.0497 | 0.0495 | 0.00031 | 0.63 |
| Ca | 250 | 393.366 | 0.50 | 0.0504 、0.0507 、0.0505 、0.0497 、0.0512 、0.0506 、0.0503 、0.0496 、0.0509 、0.0503 、0.0507 | 0.0504 | 0.00047 | 0.93 |
| Si | 250 | 251.611 | 0.50 | 0.0498 、0.0493 、0.0497 、0.0496 、0.0508 、0.0495 、0.0489 、0.0505 、0.0497 、0.0504 、0.0497 | 0.0498 | 0.00055 | 1.10 |

表19 杂质元素（合成样9）精密度试验结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 元素加入量/μg | 分析谱线/nm | 称样量/g | 测定值/% | 平均值/% | SD/% | RSD/% |
| Co | 400 | 230.786 | 0.50 | 0.0803 、0.0816 、0.0790 、0.0791 、0.0790 、0.0807 、0.0802 、0.0809 、0.0791 、0.0793 、0.0795 | 0.0799 | 0.00091 | 1.14 |
| Mg | 400 | 280.271 | 0.50 | 0.0795 、0.0785 、0.0812 、0.0817 、0.0808 、0.0802 、0.0794 、0.0806 、0.0792 、0.0814 、0.0806 | 0.0803 | 0.00102 | 1.27 |
| Mn | 400 | 257.611 | 0.50 | 0.0802 、0.0815 、0.0807 、0.0810 、0.0802 、0.0790 、0.0801 、0.0783 、0.0809 、0.0796 、0.0793 | 0.0801 | 0.00096 | 1.20 |
| Na | 400 | 589.892 | 0.50 | 0.0793 、0.0817 、0.0795 、0.0811 、0.0790 、0.0792 、0.0800 、0.0809 、0.0793 、0.0815 、0.0802 | 0.0802 | 0.00099 | 1.23 |
| Zn | 400 | 213.856 | 0.50 | 0.0805 、0.0803 、0.0799 、0.0786 、0.0791 、0.0794 、0.0807 、0.0818 、0.0803 、0.0807 、0.0806 | 0.0802 | 0.00088 | 1.10 |
| Al | 400 | 394.401 | 0.50 | 0.0798 、0.0794 、0.0789 、0.0803 、0.0805 、0.0790 、0.0812 、0.0793 、0.0810 、0.0806 、0.0790 | 0.0799 | 0.00085 | 1.06 |
| Cu | 400 | 224.700 | 0.50 | 0.0804 、0.0803 、0.0782 、0.0804 、0.0806 、0.0801 、0.0803 、0.0818 、0.0784 、0.0809 、0.0800 | 0.0801 | 0.00103 | 1.29 |
| Mo | 400 | 202.095 | 0.50 | 0.0799 、0.0803 、0.0803 、0.0809 、0.0807 、0.0789 、0.0790 、0.0807 、0.0818 、0.0809 、0.0806 | 0.0804 | 0.00085 | 1.06 |
| Ta | 400 | 240.063 | 0.50 | 0.0810 、0.0801 、0.0803 、0.0802 、0.0790 、0.0796 、0.0790、0.0801 、0.0788 、0.0795 、0.0798 | 0.0798 | 0.00067 | 0.84 |
| Pb | 400 | 220.353 | 0.50 | 0.0789 、0.0807 、0.0809 、0.0794 、0.0809 、0.0793 、0.0805 、0.0805 、0.0795 、0.0812 、0.0804 | 0.0802 | 0.00078 | 0.97 |
| Ti | 400 | 334.940 | 0.50 | 0.0780 、0.0798 、0.0798 、0.0805 、0.0809 、0.0803 、0.0804 、0.0815 、0.0798 、0.0785 、0.0793 | 0.0799 | 0.00101 | 1.28 |
| V | 400 | 309.311 | 0.50 | 0.0804 、0.0806 、0.0803 、0.0801 、0.0803 、0.0799 、0.0798 、0.0796 、0.0795 、0.0789 、0.0794 | 0.0799 | 0.00051 | 0.64 |
| W | 400 | 207.912 | 0.50 | 0.0806 、0.0816 、0.0795 、0.0813 、0.0806 、0.0789 、0.0820 、0.0815 、0.0803 、0.0809 、0.0817 | 0.0808 | 0.00096 | 1.19 |
| Ca | 400 | 393.366 | 0.50 | 0.0807 、0.0783 、0.0808 、0.0802 、0.0805 、0.0795 、0.0804 、0.0801 、0.0819 、0.0802 、0.0791 | 0.0802 | 0.00094 | 1.17 |
| Si | 400 | 251.611 | 0.50 | 0.0818 、0.0795 、0.0808 、0.0803 、0.0815 、0.0813 、0.0816 、0.0823 、0.0817 、0.0794 、0.0796 | 0.0809 | 0.00103 | 1.27 |

**表20 杂质元素（补充试验合成样1）精密度试验结果**

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 元素  加入量/μg | 分析谱线  /nm | 称样量  /g | 测定值/% | 平均值/% | SD/% | RSD/% |
| Li | 1 | 670.780 | 0.50 | 0.00019、0.00021、0.00019、0.00020、0.00019、0.00020、0.00019、0.00020、0.00021、0.00019、0.00018 | 0.00020 | 0.000009 | 4.50 |
| K | 20 | 766.491 | 0.50 | 0.0039、0.0041、0.0040、0.0038、0.0040、0.0041、0.0039、0.0040、0.0041、0.0042、0.0040 | 0.0040 | 0.00011 | 2.75 |
| Be | 10 | 313.042 | 0.50 | 0.0019、0.0019、0.0018、0.0020、0.0021、0.0019、0.0020、0.0021、0.0020、0.0019、0.0021 | 0.0020 | 0.00009 | 4.50 |
| Ge | 50 | 303.907 | 0.50 | 0.0101、0.0102、0.0099、0.0098、0.0100、0.0101、0.0102、0.0098、0.0102、0.0104、0.0101 | 0.0101 | 0.00018 | 1.78 |

**表21**  **杂质元素（补充试验合成样2）精密度试验结果**

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 元素  加入量/μg | 分析谱线  /nm | 称样量  /g | 测定值/% | 平均值/% | SD/% | RSD/% |
| Li | 2.5 | 670.780 | 0.50 | 0.00049、0.00048、0.00050、0.00051、0.00049、0.00048、0.00051、0.00052、0.00050、0.00049、0.00051 | 0.00050 | 0.000013 | 2.60 |
| K | 50 | 766.491 | 0.50 | 0.0101、0.0102、0.0099、0.0102、0.0098、0.0103、0.0099、0.0102、0.0101、0.0102、0.0098 | 0.0100 | 0.00018 | 1.80 |
| Be | 50 | 313.042 | 0.50 | 0.0099、0.0102、0.0098、0.0100、0.0103、0.0099、0.0101、0.0102、0.0104、0.0100、0.0101 | 0.0101 | 0.00018 | 1.78 |
| Ge | 250 | 303.907 | 0.50 | 0.0501、0.0495、0.0496、0.0498、0.0505、0.0504、0.0497、0.0505、0.0502、0.0501、0.0506 | 0.0501 | 0.00039 | 0.78 |

**表22** **杂质元素（补充试验合成样3）精密度试验结果**

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 元素  加入量/μg | 分析谱线  /nm | 称样量  /g | 测定值/% | 平均值/% | SD/% | RSD/% |
| Li | 4 | 670.780 | 0.50 | 0.00079、0.00081、0.00080、0.00078、0.00082、0.00080、0.00079、0.00078、0.00079、0.00080、0.00082 | 0.00080 | 0.000014 | 1.75 |
| K | 90 | 766.491 | 0.50 | 0.0179、 0.0180、 0.0178、  0.0181、0.0182、0.0183、0.0177、0.0178、0.0179、0.0178、0.0182 | 0.0180 | 0.00020 | 1.11 |
| Be | 90 | 313.042 | 0.50 | 0.0178、0.0177、0.0181、0.0179、 0.0180、 0.0184、  0.0183、0.0182、0.0178、0.0179、 0.0177 | 0.0180 | 0.00024 | 1.33 |
| Ge | 400 | 303.907 | 0.50 | 0.0798、0.0794、0.0795、0.0803、0.0804、0.0802、0.0805、0.0801、0.0806、0.0797、0.0794 | 0.0800 | 0.00045 | 0.56 |

通过表10～表22表明，样品测定的RSD均小于5.0%，方法精密度良好。

**3.8 加标回收试验**

按分析方法对合金元素进行加标回收试验，结果见表23～表24。

表23 合金元素加标回收试验结果

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 试样编号 | 元素 | 平均值% | 加标回收试验 | | |
| 加入量/% | 测得量/% | 回收率/% |
| Zr-0 | 铪 | 0.00446 | 0.01 | 0.0145 | 100.4 |
| 705C | 2.026 | 1.0 | 3.021 | 99.5 |
| M5 | 铌 | 1.007 | 1.0 | 2.019 | 101.2 |
| 705C | 2.005 | 1.0 | 3.012 | 100.7 |
| Zr-2 | 锡 | 1.396 | 1.0 | 2.392 | 99.6 |
| M5 | 铁 | 0.0299 | 0.05 | 0.0798 | 99.8 |
| 705C | 0.0898 | 0.10 | 0.189 | 99.2 |
| Zr-2 | 0.135 | 0.10 | 0.234 | 99.0 |
| 705C | 铬 | 0.00848 | 0.01 | 0.0186 | 101.0 |
| Zr-2 | 0.0901 | 0.10 | 0.192 | 101.9 |
| Zr-2 | 镍 | 0.0501 | 0.05 | 0.0998 | 99.4 |

表24 一验合金元素加标回收试验结果

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 试样编号 | 元素 | 元素  名义含量 | 加标回收试验 | | |
| 加入量/% | 测得量/% | 回收率/% |
| Zr-0 | 铪 | 0.00458 | 0.010 | 0.0146 | 100.2 |
| 705C | 2.016 | 1.00 | 3.013 | 99.7 |
| M5 | 铌 | 1.031 | 1.00 | 2.045 | 101.4 |
| 705C | 2.090 | 1.00 | 3.088 | 99.8 |
| Zr-2 | 锡 | 1.429 | 1.00 | 2.425 | 99.6 |
| M5 | 铁 | 0.0309 | 0.050 | 0.0808 | 99.8 |
| 705C | 0.0914 | 0.10 | 0.196 | 104.6 |
| Zr-2 | 0.145 | 0.10 | 0.244 | 99.0 |
| 705C | 铬 | 0.0107 | 0.010 | 0.0206 | 99.0 |
| Zr-2 | 0.0964 | 0.10 | 0.196 | 99.6 |
| Zr-2 | 镍 | 0.0522 | 0.050 | 0.103 | 101.6 |

锆及锆合金中合金元素的加标回收率在99.0%～104.6%之间，测定结果准确度满足锆及锆合金中元素含量的分析方法要求。

**3.9 主要实验（或验证）的分析**

宝钛实验中心(A)为起草单位，国核锆铪理化检测有限公司(B)为第一验证单位，西部新锆核材料科技有限公司(C)、广东省科学院工业分析检测中心(D)、西安汉唐分析检测有限公司(E)、国标（北京）检验认证有限公司(F)、宝鸡钛谷新材料检测技术中心有限公司(G)、国合通用青岛测试中心(H)、广西壮族自治区分析测试研究中心（I）新疆湘润新材料科技有限公司(J)均为第二验证单位，按照GB/T 6379.2-2004《测量方法与结果的准确度》的要求对各家验证数据分别按照重复性和再现性的公式进行计算，得到不同含量的重复性限和再现性限。各家数据统计见表25~表49，重复性限见表50，再现性限见表51。

表25铪元素验证数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 试验单位 | 水平1 | | 水平2 | | 水平3 | | 水平4 | | 水平5 | |
| ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% |
| A | 0.0045 | 0.00011 | 0.055 | 0.00086 | 0.50 | 0.0058 | 2.03 | 0.046 | 4.64 | 0.032 |
| B | 0.0046 | 0.00010 | 0.055 | 0.00056 | 0.50 | 0.0062 | 2.02 | 0.034 | 4.61 | 0.066 |
| C | 0.0042 | 0.00009 | 0.054 | 0.00087 | 0.50 | 0.0050 | 1.99 | 0.019 | 4.80 | 0.042 |
| D | 0.0044 | 0.00026 | 0.050 | 0.00024 | 0.52 | 0.0025 | 2.03 | 0.022 | 4.57 | 0.023 |
| E | 0.0045 | 0.00010 | 0.055 | 0.00072 | 0.50 | 0.0111 | 2.08 | 0.025 | 4.71 | 0.031 |
| F | 0.0046 | 0.00009 | 0.055 | 0.00076 | 0.50 | 0.0015 | 2.13 | 0.060 | 4.77 | 0.046 |
| G | 0.0040 | 0.00008 | 0.054 | 0.00029 | 0.50 | 0.0038 | 2.10 | 0.001 | 4.64 | 0.008 |
| H | / | / | 0.049 | 0.00110 | 0.50 | 0.0072 | 2.06 | 0.023 | 4.74 | 0.031 |
| I | / | / | 0.052 | 0.00137 | 0.49 | 0.0125 | 1.95 | 0.030 | 4.68 | 0.081 |

表26铌元素验证数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 试验单位 | 水平1 | | 水平2 | | 水平3 | | 水平4 | | 水平5 | | 水平6 | |
| ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% |
| A | 0.010 | 0.00026 | 0.20 | 0.0052 | 1.01 | 0.030 | 2.01 | 0.031 | 15.02 | 0.14 | 29.99 | 0.12 |
| B | 0.010 | 0.00026 | 0.20 | 0.0023 | 1.03 | 0.012 | 2.09 | 0.036 | 15.03 | 0.15 | 30.36 | 0.30 |
| C | 0.010 | 0.00031 | 0.20 | 0.0054 | 1.01 | 0.016 | 2.00 | 0.021 | 14.99 | 0.07 | 30.51 | 0.24 |
| D | 0.013 | 0.00045 | 0.19 | 0.0016 | 0.99 | 0.006 | 2.12 | 0.014 | 15.22 | 0.08 | 30.37 | 0.19 |
| E | 0.010 | 0.00045 | 0.20 | 0.0068 | 1.02 | 0.008 | 2.03 | 0.015 | 15.02 | 0.07 | 30.20 | 0.13 |
| F | 0.011 | 0.00031 | 0.21 | 0.0030 | 1.01 | 0.022 | 2.07 | 0.005 | 15.09 | 0.11 | 30.49 | 0.30 |
| G | 0.010 | 0.00039 | 0.20 | 0.0032 | 1.02 | 0.008 | 2.05 | 0.010 | 15.01 | 0.04 | 30.09 | 0.24 |
| H | 0.010 | 0.00042 | 0.19 | 0.0053 | 1.07 | 0.020 | 2.09 | 0.041 | 14.93 | 0.37 | 30.41 | 0.27 |
| I | 0.010 | 0.00026 | 0.20 | 0.0041 | 0.99 | 0.013 | 1.92 | 0.024 | 14.65 | 0.14 | 30.31 | 0.17 |

表27锡元素验证数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 试验单位 | 水平1 | | 水平2 | | 水平3 | | 水平4 | |
| ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% |
| A | 0.010 | 0.00024 | 0.20 | 0.0036 | 1.40 | 0.0061 | 3.40 | 0.0104 |
| B | 0.010 | 0.00036 | 0.20 | 0.0025 | 1.43 | 0.0135 | 3.45 | 0.0395 |
| C | 0.010 | 0.00033 | 0.20 | 0.0026 | 1.40 | 0.0077 | 3.40 | 0.0092 |
| D | 0.013 | 0.00048 | 0.22 | 0.0022 | 1.50 | 0.0112 | 3.50 | 0.0139 |
| E | 0.010 | 0.00044 | 0.21 | 0.0042 | 1.40 | 0.0064 | 3.41 | 0.0083 |
| F | 0.011 | 0.00038 | 0.20 | 0.0030 | 1.46 | 0.0088 | 3.60 | 0.0326 |
| G | 0.010 | 0.00013 | 0.20 | 0.0021 | 1.43 | 0.0070 | 3.43 | 0.0040 |
| H | 0.010 | 0.00049 | 0.21 | 0.0054 | 1.45 | 0.0144 | 3.50 | 0.0499 |
| I | 0.009 | 0.00092 | 0.22 | 0.0048 | 1.48 | 0.0152 | / | / |

表28铁元素验证数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 试验单位 | 水平1 | | 水平2 | | 水平3 | | 水平4 | |
| ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% |
| A | 0.030 | 0.00038 | 0.090 | 0.00055 | 0.14 | 0.0015 | 0.44 | 0.0042 |
| B | 0.031 | 0.000322 | 0.095 | 0.00076 | 0.15 | 0.0009 | 0.44 | 0.0093 |
| C | 0.030 | 0.000526 | 0.090 | 0.00079 | 0.14 | 0.0019 | 0.44 | 0.0050 |
| D | 0.031 | 0.000258 | 0.086 | 0.00053 | 0.13 | 0.0010 | 0.42 | 0.0035 |
| E | 0.029 | 0.000317 | 0.091 | 0.00061 | 0.14 | 0.0040 | 0.44 | 0.0044 |
| F | 0.031 | 0.000781 | 0.090 | 0.00038 | 0.14 | 0.0023 | 0.45 | 0.0022 |
| G | 0.030 | 0.000307 | 0.092 | 0.00041 | 0.14 | 0.0011 | 0.44 | 0.0016 |
| H | 0.029 | 0.000962 | 0.093 | 0.00149 | 0.14 | 0.0035 | 0.45 | 0.0093 |
| I | 0.030 | 0.000990 | 0.093 | 0.00090 | 0.13 | 0.0026 | / | / |

表29铬元素验证数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 试验单位 | 水平1 | | 水平2 | | 水平3 | | 水平4 | |
| ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% |
| A | 0.002 | 0.00005 | 0.0085 | 0.00010 | 0.090 | 0.0008 | 0.44 | 0.0039 |
| B | 0.002 | 0.000050 | 0.011 | 0.00014 | 0.096 | 0.0010 | 0.45 | 0.0060 |
| C | 0.002 | 0.000043 | 0.0085 | 0.00010 | 0.090 | 0.0009 | 0.45 | 0.0058 |
| D | 0.002 | 0.000134 | 0.0082 | 0.00020 | 0.093 | 0.0012 | 0.44 | 0.0037 |
| E | 0.002 | 0.000060 | 0.0084 | 0.00017 | 0.091 | 0.0005 | 0.44 | 0.0026 |
| F | 0.002 | 0.000066 | 0.010 | 0.00017 | 0.099 | 0.0010 | 0.45 | 0.0052 |
| G | 0.002 | 0.000024 | 0.0089 | 0.00007 | 0.094 | 0.0004 | 0.45 | 0.0018 |
| H | 0.002 | 0.000102 | 0.0084 | 0.00011 | 0.088 | 0.0012 | 0.43 | 0.0109 |
| I | 0.002 | 0.000071 | 0.011 | 0.00013 | 0.095 | 0.0015 | 0.42 | 0.0112 |

表30镍元素验证数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 试验单位 | 水平1 | | 水平2 | | 水平3 | | 水平4 | |
| ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% |
| A | 0.002 | 0.00006 | 0.010 | 0.00028 | 0.050 | 0.0006 | 0.15 | 0.0017 |
| B | 0.002 | 0.000061 | 0.011 | 0.00012 | 0.052 | 0.0007 | 0.16 | 0.0011 |
| C | 0.002 | 0.000033 | 0.010 | 0.00021 | 0.050 | 0.0006 | 0.15 | 0.0028 |
| D | 0.002 | 0.000134 | 0.0099 | 0.00014 | 0.053 | 0.0003 | 0.15 | 0.0004 |
| E | 0.002 | 0.000067 | 0.010 | 0.00025 | 0.052 | 0.0006 | 0.15 | 0.0057 |
| F | 0.002 | 0.000066 | 0.010 | 0.00031 | 0.056 | 0.0008 | 0.16 | 0.0023 |
| G | 0.002 | 0.000161 | 0.010 | 0.00018 | 0.050 | 0.0005 | 0.15 | 0.0016 |
| H | 0.002 | 0.000079 | 0.010 | 0.00026 | 0.054 | 0.0011 | 0.16 | 0.0031 |
| I | 0.002 | 0.000049 | 0.010 | 0.00020 | 0.053 | 0.0006 | 0.16 | 0.0017 |

表31钴元素验证数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 试验单位 | 水平1 | | 水平2 | | 水平3 | | 水平4 | |
| ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% |
| A | 0.0020 | 0.000079 | 0.010 | 0.00043 | 0.050 | 0.00051 | 0.080 | 0.00091 |
| B | 0.0020 | 0.000038 | 0.010 | 0.00023 | 0.050 | 0.00064 | 0.080 | 0.00048 |
| C | 0.0020 | 0.000072 | 0.010 | 0.00042 | 0.050 | 0.00057 | 0.080 | 0.00065 |
| D | 0.0022 | 0.000067 | 0.010 | 0.00013 | 0.049 | 0.00055 | 0.079 | 0.00040 |
| E | 0.0021 | 0.000023 | 0.010 | 0.00023 | 0.051 | 0.00048 | 0.080 | 0.00040 |
| F | 0.0020 | 0.000051 | 0.010 | 0.00038 | 0.050 | 0.00148 | 0.081 | 0.00147 |
| G | 0.0020 | 0.000044 | 0.010 | 0.00016 | 0.051 | 0.00042 | 0.080 | 0.00033 |
| H | 0.0019 | 0.000072 | 0.010 | 0.00025 | 0.049 | 0.00069 | 0.079 | 0.00085 |
| I | 0.0020 | 0.000124 | 0.010 | 0.00016 | 0.051 | 0.00072 | 0.080 | 0.00204 |

表32镁元素验证数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 试验单位 | 水平1 | | 水平2 | | 水平3 | | 水平4 | |
| ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% |
| A | 0.0020 | 0.000071 | 0.010 | 0.00047 | 0.051 | 0.00066 | 0.080 | 0.00102 |
| B | 0.0020 | 0.000054 | 0.010 | 0.00019 | 0.050 | 0.00075 | 0.079 | 0.00131 |
| C | 0.0020 | 0.000058 | 0.010 | 0.00024 | 0.050 | 0.00057 | 0.080 | 0.00077 |
| D | 0.0020 | 0.000015 | 0.010 | 0.00008 | 0.052 | 0.00028 | 0.083 | 0.00078 |
| E | 0.0021 | 0.000027 | 0.010 | 0.00026 | 0.050 | 0.00017 | 0.080 | 0.00027 |
| F | 0.0020 | 0.000064 | 0.010 | 0.00033 | 0.050 | 0.00138 | 0.081 | 0.00158 |
| G | 0.0021 | 0.000030 | 0.010 | 0.00032 | 0.051 | 0.00025 | 0.080 | 0.00019 |
| H | 0.0019 | 0.000075 | 0.010 | 0.00017 | 0.049 | 0.00080 | 0.079 | 0.00089 |
| I | 0.0022 | 0.000029 | 0.010 | 0.00027 | 0.051 | 0.00100 | 0.079 | 0.00166 |

表33锰元素验证数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 试验单位 | 水平1 | | 水平2 | | 水平3 | | 水平4 | |
| ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% |
| A | 0.0020 | 0.000056 | 0.010 | 0.00043 | 0.050 | 0.00056 | 0.080 | 0.00096 |
| B | 0.0020 | 0.000034 | 0.010 | 0.00017 | 0.050 | 0.00047 | 0.080 | 0.00064 |
| C | 0.0020 | 0.000045 | 0.010 | 0.00042 | 0.050 | 0.00033 | 0.080 | 0.00076 |
| D | 0.0021 | 0.000024 | 0.010 | 0.00008 | 0.051 | 0.00029 | 0.082 | 0.00065 |
| E | 0.0020 | 0.000024 | 0.010 | 0.00028 | 0.050 | 0.00030 | 0.080 | 0.00025 |
| F | 0.0020 | 0.000045 | 0.010 | 0.00026 | 0.051 | 0.00143 | 0.080 | 0.00131 |
| G | 0.0020 | 0.000019 | 0.010 | 0.00021 | 0.050 | 0.00019 | 0.080 | 0.00032 |
| H | 0.0020 | 0.000125 | 0.011 | 0.00026 | 0.052 | 0.00094 | 0.080 | 0.00100 |
| I | 0.0022 | 0.000061 | 0.010 | 0.00031 | 0.052 | 0.00103 | 0.080 | 0.00199 |

表34钠元素验证数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 试验单位 | 水平1 | | 水平2 | | 水平3 | | 水平4 | |
| ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% |
| A | 0.0020 | 0.000063 | 0.010 | 0.00045 | 0.050 | 0.00044 | 0.080 | 0.00099 |
| B | 0.0020 | 0.000070 | 0.010 | 0.00029 | 0.050 | 0.00050 | 0.080 | 0.00089 |
| C | 0.0020 | 0.000055 | 0.010 | 0.00031 | 0.050 | 0.00068 | 0.080 | 0.00056 |
| D | 0.0023 | 0.000190 | 0.010 | 0.00037 | 0.050 | 0.00041 | 0.078 | 0.00107 |
| E | 0.0021 | 0.000023 | 0.010 | 0.00025 | 0.050 | 0.00030 | 0.080 | 0.00033 |
| F | 0.0020 | 0.000066 | 0.010 | 0.00026 | 0.050 | 0.00108 | 0.080 | 0.00121 |
| G | 0.0021 | 0.000037 | 0.010 | 0.00005 | 0.050 | 0.00033 | 0.080 | 0.00042 |
| H | 0.0019 | 0.000063 | 0.010 | 0.00027 | 0.049 | 0.00104 | 0.079 | 0.00119 |

表35锌元素验证数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 试验单位 | 水平1 | | 水平2 | | 水平3 | | 水平4 | |
| ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% |
| A | 0.0020 | 0.000065 | 0.010 | 0.00046 | 0.050 | 0.00090 | 0.080 | 0.00088 |
| B | 0.0020 | 0.000051 | 0.010 | 0.00009 | 0.050 | 0.00043 | 0.080 | 0.00043 |
| C | 0.0020 | 0.000056 | 0.010 | 0.00038 | 0.050 | 0.00065 | 0.080 | 0.00047 |
| D | 0.0020 | 0.000018 | 0.010 | 0.00005 | 0.051 | 0.00021 | 0.081 | 0.00030 |
| E | 0.0020 | 0.000030 | 0.010 | 0.00017 | 0.050 | 0.00026 | 0.080 | 0.00026 |
| F | 0.0021 | 0.000076 | 0.010 | 0.00038 | 0.051 | 0.00107 | 0.080 | 0.00086 |
| G | 0.0021 | 0.000051 | 0.010 | 0.00012 | 0.050 | 0.00058 | 0.080 | 0.00041 |
| H | 0.0019 | 0.000041 | 0.010 | 0.00020 | 0.049 | 0.00073 | 0.079 | 0.00087 |
| I | 0.0021 | 0.000029 | 0.010 | 0.00025 | 0.050 | 0.00095 | 0.079 | 0.00212 |

表36铝元素验证数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 试验单位 | 水平1 | | 水平2 | | 水平3 | | 水平4 | |
| ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% |
| A | 0.0040 | 0.000083 | 0.020 | 0.00041 | 0.050 | 0.00076 | 0.080 | 0.00085 |
| B | 0.0040 | 0.000123 | 0.020 | 0.00015 | 0.050 | 0.00039 | 0.080 | 0.00062 |
| C | 0.0040 | 0.000085 | 0.020 | 0.00034 | 0.051 | 0.00075 | 0.080 | 0.00050 |
| D | 0.0045 | 0.000193 | 0.021 | 0.00039 | 0.050 | 0.00028 | 0.081 | 0.00054 |
| E | 0.0040 | 0.000028 | 0.020 | 0.00030 | 0.050 | 0.00029 | 0.080 | 0.00086 |
| F | 0.0041 | 0.000114 | 0.020 | 0.00077 | 0.050 | 0.00119 | 0.080 | 0.00136 |
| G | 0.0041 | 0.000034 | 0.020 | 0.00024 | 0.050 | 0.00032 | 0.081 | 0.00028 |
| H | 0.0041 | 0.000300 | 0.020 | 0.00044 | 0.049 | 0.00094 | 0.080 | 0.00102 |
| I | 0.0046 | 0.000108 | / | / | 0.052 | 0.00035 | 0.081 | 0.00048 |

表37铜元素验证数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 试验单位 | 水平1 | | 水平2 | | 水平3 | | 水平4 | |
| ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% |
| A | 0.0040 | 0.000054 | 0.020 | 0.00061 | 0.050 | 0.00080 | 0.080 | 0.00103 |
| B | 0.0040 | 0.000054 | 0.020 | 0.00016 | 0.049 | 0.00040 | 0.080 | 0.00081 |
| C | 0.0040 | 0.000060 | 0.020 | 0.00049 | 0.050 | 0.00057 | 0.080 | 0.00089 |
| D | 0.0038 | 0.000265 | 0.020 | 0.00016 | 0.048 | 0.00028 | 0.079 | 0.00033 |
| E | 0.0040 | 0.000026 | 0.020 | 0.00017 | 0.050 | 0.00025 | 0.080 | 0.00058 |
| F | 0.0040 | 0.000145 | 0.020 | 0.00062 | 0.049 | 0.00097 | 0.080 | 0.00136 |
| G | 0.0040 | 0.000049 | 0.020 | 0.00031 | 0.050 | 0.00043 | 0.080 | 0.00031 |
| H | 0.0042 | 0.000155 | 0.020 | 0.00066 | 0.050 | 0.00121 | 0.081 | 0.00108 |
| I | 0.0041 | 0.000118 | 0.020 | 0.00042 | 0.050 | 0.00085 | 0.078 | 0.00157 |

表38钼元素验证数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 试验单位 | 水平1 | | 水平2 | | 水平3 | | 水平4 | |
| ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% |
| A | 0.0040 | 0.000056 | 0.020 | 0.00042 | 0.050 | 0.00061 | 0.080 | 0.00085 |
| B | 0.0039 | 0.000052 | 0.020 | 0.00039 | 0.050 | 0.00017 | 0.080 | 0.00058 |
| C | 0.0040 | 0.000044 | 0.020 | 0.00042 | 0.050 | 0.00036 | 0.080 | 0.00057 |
| D | 0.0041 | 0.000063 | 0.020 | 0.00014 | 0.049 | 0.00023 | 0.080 | 0.00028 |
| E | 0.0040 | 0.000029 | 0.020 | 0.00031 | 0.050 | 0.00022 | 0.080 | 0.00031 |
| F | 0.0041 | 0.000113 | 0.020 | 0.00060 | 0.051 | 0.00126 | 0.081 | 0.00128 |
| G | 0.0041 | 0.000066 | 0.020 | 0.00021 | 0.050 | 0.00033 | 0.080 | 0.00037 |
| H | 0.0041 | 0.000092 | 0.020 | 0.00077 | 0.049 | 0.00079 | 0.080 | 0.00118 |
| I | 0.0038 | 0.000055 | 0.020 | 0.00057 | 0.051 | 0.00088 | 0.083 | 0.00086 |

表39钽元素验证数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 试验单位 | 水平1 | | 水平2 | | 水平3 | | 水平4 | |
| ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% |
| A | 0.0040 | 0.000076 | 0.020 | 0.00033 | 0.050 | 0.00064 | 0.080 | 0.00067 |
| B | 0.0040 | 0.000088 | 0.020 | 0.00037 | 0.050 | 0.00035 | 0.081 | 0.00042 |
| C | 0.0040 | 0.000051 | 0.020 | 0.00039 | 0.050 | 0.00031 | 0.080 | 0.00064 |
| D | 0.0041 | 0.000427 | 0.021 | 0.00048 | 0.051 | 0.00057 | 0.082 | 0.00126 |
| E | 0.0040 | 0.000018 | 0.020 | 0.00028 | 0.050 | 0.00026 | 0.080 | 0.00045 |
| F | 0.0039 | 0.000126 | 0.020 | 0.00065 | 0.050 | 0.00090 | 0.080 | 0.00114 |
| G | 0.0041 | 0.000028 | 0.021 | 0.00033 | 0.050 | 0.00041 | 0.080 | 0.00051 |
| H | 0.0042 | 0.000180 | 0.020 | 0.00076 | 0.048 | 0.00048 | 0.079 | 0.00117 |
| I | 0.0042 | 0.000330 | 0.018 | 0.00067 | 0.051 | 0.00130 | 0.080 | 0.00055 |

表40铅元素验证数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 试验单位 | 水平1 | | 水平2 | | 水平3 | | 水平4 | |
| ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% |
| A | 0.0040 | 0.000073 | 0.020 | 0.00047 | 0.050 | 0.00045 | 0.080 | 0.00078 |
| B | 0.0041 | 0.000078 | 0.021 | 0.00016 | 0.050 | 0.00025 | 0.079 | 0.00051 |
| C | 0.0040 | 0.000054 | 0.020 | 0.00041 | 0.050 | 0.00052 | 0.080 | 0.00071 |
| D | 0.0041 | 0.000187 | 0.020 | 0.00033 | 0.049 | 0.00047 | 0.079 | 0.00045 |
| E | 0.0040 | 0.000026 | 0.020 | 0.00023 | 0.050 | 0.00058 | 0.080 | 0.00021 |
| F | 0.0040 | 0.000122 | 0.020 | 0.00068 | 0.051 | 0.00116 | 0.081 | 0.00142 |
| G | 0.0041 | 0.000078 | 0.020 | 0.00039 | 0.050 | 0.00043 | 0.080 | 0.00047 |
| H | 0.0040 | 0.000209 | 0.019 | 0.00083 | 0.050 | 0.00069 | 0.078 | 0.00087 |
| I | 0.0039 | 0.000111 | 0.019 | 0.00066 | 0.052 | 0.00091 | 0.082 | 0.00067 |

表41钛元素验证数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 试验单位 | 水平1 | | 水平2 | | 水平3 | | 水平4 | |
| ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% |
| A | 0.0040 | 0.000047 | 0.020 | 0.00022 | 0.050 | 0.00062 | 0.080 | 0.00101 |
| B | 0.0041 | 0.000145 | 0.020 | 0.00054 | 0.050 | 0.00080 | 0.080 | 0.00117 |
| C | 0.0040 | 0.000043 | 0.020 | 0.00038 | 0.050 | 0.00064 | 0.080 | 0.00051 |
| D | 0.0042 | 0.000100 | 0.020 | 0.00020 | 0.050 | 0.00038 | 0.082 | 0.00093 |
| E | 0.0040 | 0.000030 | 0.020 | 0.00022 | 0.050 | 0.00070 | 0.080 | 0.00073 |
| F | 0.0040 | 0.000133 | 0.020 | 0.00046 | 0.051 | 0.00128 | 0.082 | 0.00134 |
| G | 0.0039 | 0.000038 | 0.020 | 0.00022 | 0.050 | 0.00025 | 0.080 | 0.00037 |
| H | / | / | 0.020 | 0.00043 | 0.051 | 0.00139 | 0.082 | 0.00123 |
| I | 0.0041 | 0.000074 | 0.020 | 0.00052 | 0.050 | 0.00107 | 0.078 | 0.00088 |

表42钒元素验证数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 试验单位 | 水平1 | | 水平2 | | 水平3 | | 水平4 | |
| ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% |
| A | 0.0040 | 0.000071 | 0.020 | 0.00038 | 0.050 | 0.00049 | 0.080 | 0.00051 |
| B | 0.0041 | 0.000071 | 0.020 | 0.00018 | 0.050 | 0.00032 | 0.080 | 0.00068 |
| C | 0.0040 | 0.000072 | 0.020 | 0.00028 | 0.050 | 0.00044 | 0.080 | 0.00036 |
| D | 0.0045 | 0.000193 | 0.021 | 0.00020 | 0.052 | 0.00041 | 0.083 | 0.00074 |
| E | 0.0040 | 0.000033 | 0.020 | 0.00027 | 0.050 | 0.00013 | 0.080 | 0.00057 |
| F | 0.0040 | 0.000106 | 0.020 | 0.00076 | 0.051 | 0.00142 | 0.081 | 0.00148 |
| G | 0.0040 | 0.000044 | 0.020 | 0.00028 | 0.050 | 0.00026 | 0.080 | 0.00042 |
| H | 0.0040 | 0.000080 | 0.020 | 0.00096 | 0.052 | 0.00129 | 0.079 | 0.00097 |
| I | 0.0044 | 0.000075 | 0.021 | 0.00055 | 0.053 | 0.00110 | 0.081 | 0.00238 |

表43钨元素验证数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 试验单位 | 水平1 | | 水平2 | | 水平3 | | 水平4 | |
| ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% |
| A | 0.0040 | 0.000074 | 0.020 | 0.00041 | 0.050 | 0.00031 | 0.081 | 0.00096 |
| B | 0.0041 | 0.000060 | 0.020 | 0.00042 | 0.050 | 0.00033 | 0.080 | 0.00066 |
| C | 0.0040 | 0.000045 | 0.020 | 0.00025 | 0.050 | 0.00058 | 0.080 | 0.00084 |
| D | 0.0041 | 0.000271 | 0.019 | 0.00042 | 0.048 | 0.00035 | 0.079 | 0.00054 |
| E | 0.0040 | 0.000018 | 0.020 | 0.00024 | 0.050 | 0.00038 | 0.080 | 0.00067 |
| F | 0.0040 | 0.000110 | 0.020 | 0.00064 | 0.050 | 0.00147 | 0.081 | 0.00130 |
| G | 0.0039 | 0.000074 | 0.019 | 0.00030 | 0.049 | 0.00032 | 0.080 | 0.00042 |
| H | 0.0040 | 0.000128 | 0.020 | 0.00039 | 0.048 | 0.00102 | 0.081 | 0.00102 |
| I | 0.0037 | 0.000170 | 0.019 | 0.00040 | 0.049 | 0.00092 | 0.078 | 0.00208 |

表44钙元素验证数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 试验单位 | 水平1 | | 水平2 | | 水平3 | | 水平4 | |
| ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% |
| A | 0.0040 | 0.000067 | 0.020 | 0.00058 | 0.050 | 0.00047 | 0.080 | 0.00094 |
| B | 0.0041 | 0.000061 | 0.020 | 0.00028 | 0.050 | 0.00065 | 0.080 | 0.00146 |
| C | 0.0040 | 0.000042 | 0.020 | 0.00030 | 0.050 | 0.00049 | 0.080 | 0.00071 |
| D | 0.0042 | 0.000055 | 0.020 | 0.00020 | 0.051 | 0.00022 | 0.081 | 0.00119 |
| E | 0.0040 | 0.000028 | 0.021 | 0.00025 | 0.050 | 0.00020 | 0.080 | 0.00026 |
| F | 0.0040 | 0.000129 | 0.020 | 0.00066 | 0.050 | 0.00144 | 0.081 | 0.00128 |
| G | 0.0039 | 0.000047 | 0.019 | 0.00026 | 0.050 | 0.00044 | 0.080 | 0.00039 |
| H | 0.0041 | 0.000067 | 0.019 | 0.00063 | 0.048 | 0.00079 | 0.079 | 0.00083 |
| I | 0.0038 | 0.000120 | 0.019 | 0.00039 | 0.051 | 0.00079 | 0.079 | 0.00150 |

表45硅元素验证数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 试验单位 | 水平1 | | 水平2 | | 水平3 | | 水平4 | |
| ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% |
| A | 0.0099 | 0.00046 | 0.030 | 0.00058 | 0.050 | 0.00055 | 0.081 | 0.00088 |
| B | 0.0104 | 0.00028 | 0.030 | 0.00042 | 0.050 | 0.00084 | 0.080 | 0.00126 |
| C | 0.0101 | 0.00047 | 0.030 | 0.00051 | 0.050 | 0.00025 | 0.080 | 0.00068 |
| D | 0.0091 | 0.00038 | 0.028 | 0.00051 | 0.048 | 0.00065 | 0.079 | 0.00118 |
| E | 0.0098 | 0.00024 | 0.031 | 0.00027 | 0.050 | 0.00030 | 0.081 | 0.00070 |
| F | 0.0102 | 0.00031 | 0.030 | 0.00090 | 0.050 | 0.00123 | 0.080 | 0.00136 |
| G | 0.0102 | 0.00014 | 0.030 | 0.00028 | 0.050 | 0.00028 | 0.079 | 0.00067 |
| H | 0.0103 | 0.00034 | 0.029 | 0.00066 | 0.051 | 0.00028 | 0.080 | 0.00114 |

表46锂元素验证数据

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 试验单位 | 水平1 | | 水平2 | | 水平3 | |
| ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% |
| A | 0.00020 | 0.000009 | 0.00050 | 0.000013 | 0.00080 | 0.000014 |
| B | 0.00020 | 0.000010 | 0.00050 | 0.000013 | 0.00081 | 0.000017 |
| C | 0.00022 | 0.000012 | 0.00047 | 0.000024 | 0.00079 | 0.000033 |
| D | 0.00020 | 0.000017 | 0.00051 | 0.000034 | 0.00079 | 0.000046 |
| E | 0.00020 | 0.000008 | 0.00050 | 0.000012 | 0.00080 | 0.000034 |
| F | 0.00020 | 0.000005 | 0.00051 | 0.000020 | 0.00080 | 0.000013 |
| G | 0.00020 | 0.000010 | 0.00050 | 0.000017 | 0.00079 | 0.000016 |
| H | 0.00018 | 0.000011 | 0.00048 | 0.000008 | 0.00077 | 0.000015 |
| I | 0.00020 | 0.000005 | 0.00053 | 0.000005 | 0.00085 | 0.000006 |
| J | 0.00020 | 0.000014 | 0.00050 | 0.000034 | 0.00080 | 0.000049 |

表47钾元素验证数据

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 试验单位 | 水平1 | | 水平2 | | 水平3 | |
| ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% |
| A | 0.0040 | 0.00011 | 0.010 | 0.00018 | 0.018 | 0.00020 |
| B | 0.0040 | 0.00014 | 0.010 | 0.00013 | 0.018 | 0.00046 |
| C | 0.0040 | 0.00012 | 0.010 | 0.00023 | 0.018 | 0.00025 |
| D | 0.0042 | 0.00025 | 0.011 | 0.00045 | 0.018 | 0.00039 |
| E | 0.0040 | 0.00010 | 0.010 | 0.00008 | 0.018 | 0.00039 |
| F | 0.0041 | 0.00014 | 0.010 | 0.00030 | 0.018 | 0.00028 |
| G | 0.0040 | 0.00013 | 0.010 | 0.00015 | 0.018 | 0.00023 |
| H | 0.0040 | 0.00013 | 0.010 | 0.00026 | 0.018 | 0.00018 |
| I | 0.0038 | 0.00007 | 0.010 | 0.00017 | 0.018 | 0.00014 |
| J | 0.0040 | 0.00017 | 0.010 | 0.00029 | 0.018 | 0.00039 |

表48铍元素验证数据

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 试验单位 | 水平1 | | 水平2 | | 水平3 | |
| ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% |
| A | 0.0020 | 0.00010 | 0.010 | 0.00018 | 0.018 | 0.00024 |
| B | 0.0020 | 0.00006 | 0.010 | 0.00018 | 0.018 | 0.00013 |
| C | 0.0020 | 0.00010 | 0.010 | 0.00018 | 0.018 | 0.00032 |
| D | 0.0018 | 0.00005 | 0.010 | 0.00022 | 0.018 | 0.00033 |
| E | 0.0020 | 0.00009 | 0.010 | 0.00028 | 0.018 | 0.00027 |
| F | 0.0020 | 0.00007 | 0.010 | 0.00031 | 0.018 | 0.00023 |
| G | 0.0020 | 0.00009 | 0.010 | 0.00020 | 0.018 | 0.00017 |
| H | 0.0018 | 0.00005 | 0.010 | 0.00022 | 0.018 | 0.00034 |
| I | 0.0020 | 0.00000 | 0.010 | 0.00005 | 0.018 | 0.00005 |
| J | 0.0020 | 0.00010 | 0.010 | 0.00033 | 0.018 | 0.00036 |

表49锗元素验证数据

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 试验单位 | 水平1 | | 水平2 | | 水平3 | |
| ‾X% | s% | ‾X% | s% | ‾X% | s% |
| A | 0.010 | 0.00018 | 0.050 | 0.00039 | 0.080 | 0.0004 |
| B | 0.010 | 0.00010 | 0.050 | 0.00021 | 0.080 | 0.0005 |
| C | 0.010 | 0.00027 | 0.051 | 0.00047 | 0.080 | 0.0005 |
| D | 0.010 | 0.00022 | 0.050 | 0.00064 | 0.082 | 0.0007 |
| E | 0.010 | 0.00006 | 0.050 | 0.00053 | 0.080 | 0.0005 |
| F | 0.010 | 0.00023 | 0.050 | 0.00045 | 0.081 | 0.0011 |
| G | 0.010 | 0.00018 | 0.050 | 0.00026 | 0.080 | 0.0004 |
| H | 0.010 | 0.00029 | 0.050 | 0.00028 | 0.080 | 0.0005 |
| I | 0.010 | 0.00050 | 0.050 | 0.00032 | 0.078 | 0.0009 |
| J | 0.010 | 0.00031 | 0.050 | 0.00085 | 0.080 | 0.0025 |

表50 重复性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 质量分数/% | 重复性限 /% | 元素 | 质量分数/% | 重复性限 /% |
| Al | 0.0042 | 0.0004 | Mo | 0.0040 | 0.0002 |
| 0.020 | 0.001 | 0.020 | 0.001 |
| 0.050 | 0.002 | 0.050 | 0.002 |
| 0.080 | 0.002 | 0.081 | 0.002 |
| Be | 0.0020 | 0.0002 | Nb | 0.011 | 0.001 |
| 0.010 | 0.0006 | 0.20 | 0.01 |
| 0.018 | 0.0007 | 1.02 | 0.05 |
| Co | 0.0020 | 0.0002 | 2.04 | 0.07 |
| 0.010 | 0.001 | 15.00 | 0.46 |
| 0.050 | 0.002 | 30.30 | 0.64 |
| 0.080 | 0.003 | Ni | 0.0020 | 0.0002 |
| Cu | 0.0040 | 0.0004 | 0.010 | 0.001 |
| 0.020 | 0.001 | 0.052 | 0.002 |
| 0.050 | 0.002 | 0.15 | 0.01 |
| 0.080 | 0.003 | Na | 0.0020 | 0.0002 |
| Cr | 0.0020 | 0.0002 | 0.010 | 0.001 |
| 0.0092 | 0.0004 | 0.050 | 0.002 |
| 0.093 | 0.003 | 0.080 | 0.003 |
| 0.44 | 0.02 | Pb | 0.0040 | 0.0003 |
| Ca | 0.0040 | 0.0002 | 0.020 | 0.001 |
| 0.020 | 0.001 | 0.050 | 0.002 |
| 0.050 | 0.002 | 0.080 | 0.002 |
| 0.080 | 0.003 | Si | 0.010 | 0.001 |
| Fe | 0.030 | 0.002 | 0.030 | 0.002 |
| 0.091 | 0.002 | 0.050 | 0.002 |
| 0.14 | 0.01 | 0.080 | 0.003 |
| 0.44 | 0.02 | Sn | 0.011 | 0.001 |
| Ge | 0.010 | 0.0007 | 0.21 | 0.01 |
| 0.050 | 0.001 | 1.44 | 0.03 |
| 0.080 | 0.003 | 3.46 | 0.07 |
| Hf | 0.0044 | 0.0004 | Ta | 0.0041 | 0.0006 |
| 0.053 | 0.002 | 0.020 | 0.001 |
| 0.50 | 0.02 | 0.050 | 0.002 |
| 2.04 | 0.09 | 0.080 | 0.002 |
| 4.68 | 0.13 | Ti | 0.0040 | 0.0002 |
| K | 0.0040 | 0.0004 | 0.020 | 0.001 |
| 0.010 | 0.001 | 0.050 | 0.002 |
| 0.018 | 0.001 | 0.080 | 0.003 |
| Li | 0.00020 | 0.00003 | V | 0.0041 | 0.0003 |
| 0.00050 | 0.00005 | 0.020 | 0.001 |
| 0.00080 | 0.00008 | 0.051 | 0.002 |
| Mn | 0.0020 | 0.0002 | 0.080 | 0.003 |
| 0.010 | 0.001 | W | 0.0040 | 0.0004 |
| 0.051 | 0.002 | 0.020 | 0.001 |
| 0.080 | 0.003 | 0.049 | 0.002 |
| Mg | 0.0020 | 0.0001 | 0.080 | 0.003 |
| 0.010 | 0.001 | Zn | 0.0020 | 0.0001 |
| 0.050 | 0.002 | 0.010 | 0.001 |
| 0.080 | 0.003 | 0.050 | 0.002 |
| / | / | 0.080 | 0.003 |

表51 再现性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 质量分数/% | 再现性限 /% | 元素 | 质量分数/% | 再现性限 /% |
| Al | 0.0042 | 0.0008 | Mo | 0.0040 | 0.0003 |
| 0.020 | 0.001 | 0.020 | 0.001 |
| 0.050 | 0.002 | 0.050 | 0.003 |
| 0.080 | 0.003 | 0.081 | 0.003 |
| Be | 0.0020 | 0.0003 | Nb | 0.011 | 0.002 |
| 0.010 | 0.0008 | 0.20 | 0.02 |
| 0.018 | 0.0009 | 1.02 | 0.08 |
| Co | 0.0020 | 0.0003 | 2.04 | 0.19 |
| 0.010 | 0.001 | 15.00 | 0.61 |
| 0.050 | 0.003 | 30.30 | 0.79 |
| 0.080 | 0.003 | Ni | 0.0020 | 0.0004 |
| Cu | 0.0040 | 0.0004 | 0.010 | 0.001 |
| 0.020 | 0.001 | 0.052 | 0.006 |
| 0.050 | 0.003 | 0.15 | 0.01 |
| 0.080 | 0.004 | Na | 0.0020 | 0.0004 |
| Cr | 0.0020 | 0.0003 | 0.010 | 0.001 |
| 0.0092 | 0.0032 | 0.050 | 0.002 |
| 0.093 | 0.010 | 0.080 | 0.003 |
| 0.44 | 0.03 | Pb | 0.0040 | 0.0004 |
| Ca | 0.0040 | 0.0004 | 0.020 | 0.002 |
| 0.020 | 0.002 | 0.050 | 0.003 |
| 0.050 | 0.003 | 0.080 | 0.004 |
| 0.080 | 0.004 | Si | 0.010 | 0.002 |
| Fe | 0.030 | 0.003 | 0.030 | 0.003 |
| 0.091 | 0.007 | 0.050 | 0.003 |
| 0.14 | 0.02 | 0.080 | 0.004 |
| 0.44 | 0.03 | Sn | 0.011 | 0.004 |
| Ge | 0.010 | 0.0008 | 0.21 | 0.03 |
| 0.050 | 0.002 | 1.44 | 0.11 |
| 0.080 | 0.004 | 3.46 | 0.21 |
| Hf | 0.0044 | 0.0007 | Ta | 0.0041 | 0.004 |
| 0.053 | 0.007 | 0.020 | 0.03 |
| 0.50 | 0.03 | 0.050 | 0.11 |
| 2.04 | 0.18 | 0.080 | 0.21 |
| 4.68 | 0.25 | Ti | 0.0040 | 0.0003 |
| K | 0.0040 | 0.0005 | 0.020 | 0.001 |
| 0.010 | 0.001 | 0.050 | 0.003 |
| 0.018 | 0.001 | 0.080 | 0.004 |
| Li | 0.00020 | 0.00004 | V | 0.0041 | 0.0006 |
| 0.00050 | 0.00006 | 0.020 | 0.002 |
| 0.00080 | 0.00009 | 0.051 | 0.004 |
| Mn | 0.0020 | 0.0002 |  | 0.080 | 0.005 |
| 0.010 | 0.001 | W | 0.0040 | 0.0005 |
| 0.051 | 0.003 | 0.020 | 0.002 |
| 0.080 | 0.004 | 0.049 | 0.003 |
| Mg | 0.0020 | 0.0002 | 0.080 | 0.004 |
| 0.010 | 0.001 | Zn | 0.0020 | 0.0002 |
| 0.050 | 0.003 | 0.010 | 0.001 |
| 0.080 | 0.004 | 0.050 | 0.003 |
| / | / | 0.080 | 0.003 |

四、标准中涉及专利的情况

本文件不涉及专利问题。

五、预期达到的社会效益等情况

5.1标准的必要性

锆及锆合金以其较低的原子热中子吸收截面，良好的抗腐蚀性，对核燃料有良好相容性等优点，广泛应用于核电、航空航天、化工、轻工、电力、制药、纺织、机械、石油化工等领域。随着锆及锆合金的广泛应用，其用量也日益扩大。

因此制定锆及锆合金中合金及杂质元素含量的分析方法国家标准，准确测定锆及锆合金中合金及杂质元素的含量，对推动锆及锆合金生产规模化、简单化起到非常关键的作用。

5.2标准的预期作用

本标准的制定有效地促成锆中合金和杂质元素检测方法的一致化，提高检测效率，保证检测结果的一致性和准确性，有利于市场公平交易环境的形成，具有较大的社会效益。

六、采用国际标准和国外先进标准的情况

6.1 采用国际标准和国外先进标准的程度

经查，国外无相同类型的国际标准。

6.2 国际、国外同类标准水平的对比分析

经查，国外无相同类型的国际标准。

6.3 与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况

无。

七、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

本文件与有关的现行法律、法规和强制性国家标准没有冲突。

本文件与现行标准及制定中的标准无重复交叉情况。

八、重大分歧意见的处理和依据

编制组严格按既定编制原则进行编写，本文件起草过程中未发生重大的分歧意见。

九、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国家标准。

十、贯彻标准的要求和措施建议

本文件规范了锆及锆合金中合金和杂质元素的测定，有利于整个行业分水平的提升，为锆材大规模生产提供了保证。本文件发布执行后，建议标准主管单位积极向生产厂家及国内外用户推广。

十一、废止现有有关标准的建议

本文件为新制定文件，无废止其它标准的建议。

十二、其他应予说明的事项

无。