××××-××-××实施

××××-××-××发布

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

**Methods for chemical analysis of zirconium and zirconium alloys—**

**Part 26: Determination of alloying and impurity elements content—**

**Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry**

（预审稿）

GB/T 13747.26—20××



中华人民共和国国家标准

ICS 77.120.99

H 14

ccccs

国家市场监督管理总局

国家标准化管理委员会

发布

×

前 言

本文件按照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》的规定起草。

本文件是GB/T 13747《锆及锆合金化学分析方法》的第26部分。GB/T 13747已经发布了以下部分：

——第1部分：锡量的测定 碘酸钾滴定法和苯基荧光酮-聚乙二醇辛基苯基醚分光光度法；

——第2部分：铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第3部分：镍量的测定 丁二酮肟分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第4部分：铬量的测定 二苯卡巴肼分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第5部分：铝量的测定 铬天青S－氯化十四烷基吡啶分光光度法；

——第6部分：铜量的测定 2,9-二甲基-1,10-二氮杂菲分光光度法；

——第7部分：锰量的测定 高碘酸钾分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第8部分：钴量的测定 亚硝基R盐分光光度法；

——第9部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第10部分：钨量的测定 硫氰酸盐分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第11部分：钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法；

——第12部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法；

——第13部分：铅量的测定 极谱法；

——第14部分：铀量的测定 极谱法；

——第15部分：硼量的测定 姜黄素分光光度法；

——第16部分：氯量的测定 氯化银浊度法和离子选择性电极法；

——第17部分：镉量的测定 极谱法；

——第18部分：钒量的测定 苯基酰苯基羟胺分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第19部分：钛量的测定 二安替比林甲烷分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第20部分：铪量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第21部分：氢量的测定 惰气熔融红外吸收法/热导法；

——第22部分：氧量和氮量的测定 惰气熔融-红外吸收/热导法；

——第23部分：氮量的测定 蒸馏分离-奈斯勒试剂分光光度法；

——第24部分：碳量的测定 高频燃烧红外吸收法；

——第25部分：铌量的测定 5-Br-PADAP分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——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；

——第27部分：痕量杂质元素的测定 电感耦合等离子体质谱法；

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本文件起草单位：××。

本文件主要起草人：××。

引 言

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。电感耦合等离子体原子发射光谱法（ICP-AES）以其灵敏度高、精密度好、线性范围宽、可同时进行多种元素分析、检测效率高等优点，已广泛应用于锆及锆合金中元素含量的测定。GB/T 13747旨在通过实验研究建立一整套切实可行的锆及锆合金化学分析方法标准，拟由二十七部分组成。

——第1部分：锡量的测定 碘酸钾滴定法和苯基荧光酮-聚乙二醇辛基苯基醚分光光度法；

——第2部分：铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第3部分：镍量的测定 丁二酮肟分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第4部分：铬量的测定 二苯卡巴肼分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第5部分：铝量的测定 铬天青S－氯化十四烷基吡啶分光光度法；

——第6部分：铜量的测定 2,9-二甲基-1,10-二氮杂菲分光光度法；

——第7部分：锰量的测定 高碘酸钾分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第8部分：钴量的测定 亚硝基R盐分光光度法；

——第9部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第10部分：钨量的测定 硫氰酸盐分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第11部分：钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法；

——第12部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法；

——第13部分：铅量的测定 极谱法；

——第14部分：铀量的测定 极谱法；

——第15部分：硼量的测定 姜黄素分光光度法；

——第16部分：氯量的测定 氯化银浊度法和离子选择性电极法；

——第17部分：镉量的测定 极谱法；

——第18部分：钒量的测定 苯基酰苯基羟胺分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第19部分：钛量的测定 二安替比林甲烷分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第20部分：铪量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第21部分：氢量的测定 惰气熔融红外吸收法/热导法；

——第22部分：氧量和氮量的测定 惰气熔融-红外吸收/热导法；

——第23部分：氮量的测定 蒸馏分离-奈斯勒试剂分光光度法；

——第24部分：碳量的测定 高频燃烧红外吸收法；

——第25部分：铌量的测定 5-Br-PADAP分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——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；

——第27部分：痕量杂质元素的测定 电感耦合等离子体质谱法；

本文件完善了锆及锆合金的生产产业链，对提高锆及锆合金产品质量、扩大应用领域、开拓产品市场具有重要意义。

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

1 范围

GB/T 13747的本文件规定了锆及锆合金中铝、铍、钴、铜、铬、钙、铁、锗、铪、钾、锂、锰、镁、钼、铌、镍、钠、铅、硅、锡、钽、钛、钒、钨、锌含量的测定方法。

本文件适用于海绵锆、锆及锆合金中合金及杂质元素含量的测定。各元素测定范围见表1。

表1 各元素的测定范围

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 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 | / | / |

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试料用硝酸和氢氟酸溶解，用电感耦合等离子体发射光谱法进行测定，于各元素选定的波长处测量其发射强度。采用工作曲线法计算各元素的质量浓度，以质量分数表示测定结果。

5 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和符合GB/T 6682要求的实验室二级水。

5.1 盐酸（*ρ*=1.19 g/mL）。

5.2 氢氟酸（*ρ=*1.13 g/mL）。

5.3 硝酸（*ρ=*1.42 g/mL）。

5.4 盐酸（1+1）。

5.5 硝酸（1+1）。

5.6 锆基体（金属锆、氧化锆、氯氧化锆）（质量分数≥99.99 %，且锂元素的质量分数≤0.00001 %，钴、铬、镁、锰、锌、镍、钠、铍、铝、铜、铪、钼、钽、铅、硅、钛、钒、钨、钙、钾元素的质量分数≤0.0002 %，铁、铌、锡、锗元素质量分数≤0.0005 %）。

5.7 锆及锆合金系列实物标准样品。

5.8 铝标准贮存溶液：称取1.0000 g金属铝（*w*Al≥99.99 %）于500 mL烧杯中，加入100 mL盐酸（5.4），低温加热溶解，冷却，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1.0 mg铝。

5.9 钴标准贮存溶液：称取1.0000 g金属钴（*w*Co≥99.99 %）于250 mL烧杯中，加入50 mL硝酸（5.5），加热溶解，冷却，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1.0 mg钴。

5.10 铜标准贮存溶液：称取1.0000 g金属铜（*w*Cu≥99.99 %）于250 mL烧杯中，加入50 mL硝酸（5.5），加热溶解，冷却，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1.0 mg铜。

5.11 铬标准贮存溶液：称取1.0000 g金属铬（*w*Cr≥99.99 %）于500 mL烧杯中，加入50 mL盐酸（5.4），加热溶解，冷却，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1.0 mg铬。

5.12 钙标准贮存溶液：称取2.4970 g碳酸钙（*w*CaCO3≥99.99%）(预先在105 ℃烘1 h，并在干燥器中冷至室温)于250 mL烧杯中，加入30 mL水、15 mL盐酸（5.1），置电炉上加热至完全溶解，煮沸驱除二氧化碳，冷却后移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1.0 mg钙。

5.13 铁标准贮存溶液：称取1.0000 g金属铁（*w*Fe≥99.99 %）于150 mL烧杯中，加入50 mL盐酸（5.1），加热溶解，冷却，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1.0 mg铁。

5.14 锗标准贮存溶液：称取3.0659 g六氟锗酸铵（*w*(NH4)2GeF6≥99.99 %）于250 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入50 mL水，使其溶解，移入1000 mL塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1.0 mg锗。

5.15 铪标准贮存溶液：称取1.0000 g金属铪（*w*Hf≥99.99 %）于150 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入20 mL盐酸（5.1），再分次加入5 mL氢氟酸（5.2）使其溶解，冷却，移入1000 mL塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1.0 mg铪。

5.16 锰标准贮存溶液：称取1.0000 g金属锰（*w*Mn≥99.99 %）于500 mL烧杯中，加入100 mL硝酸（5.5），低温加热溶解，冷却，移入1000 mL容量瓶中，加入50 mL硝酸（5.3），用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1.0 mg锰。

5.17 镁标准贮存溶液：称取1.0000 g金属镁（*w*Mg≥99.99 %）于250 mL烧杯中，加入50 mL盐酸（5.4），加热溶解，冷却，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1.0 mg镁。

5.18 钼标准贮存溶液：称取1.0000 g金属钼（*w*Mo≥99.99 %）于500 mL烧杯中，加入50 mL混合酸（HCl＋HNO3＋H2O=3+2+1），低温加热溶解，冷却，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1.0 mg钼。

5.19 铌标准贮存溶液：称取1.0000 g金属铌（*w*Nb≥99.99 %）于100 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入10 mL硝酸（5.5），再分次加入5 mL氢氟酸（5.2），盖上聚四氟乙烯表面皿，低温加热溶解，冷却，移入1000 mL塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1.0mg铌。

5.20 镍标准贮存溶液：称取1.0000 g金属镍（*w*Ni≥99.99 %）于500 mL烧杯中，加入100 mL硝酸（5.5），低温加热溶解，继续加热到无棕色烟雾产生，冷却，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1.0 mg镍。

5.21 钠标准贮存溶液：称取2.5400 g氯化钠（*w*NaCl≥99.99%）（500～600℃灼烧至恒重）于500 mL烧杯中，加入200 mL水，使其溶解，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1.0mg钠。

5.22 铅标准贮存溶液：称取1.0000 g金属铅（*w*Pb≥99.99 %）于150 mL烧杯中，加入50mL硝酸（5.5），低温加热溶解，继续加热到无棕色烟雾产生，冷却，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1.0 mg铅。

5.23 硅标准贮存溶液：称取6.3431 g六氟硅酸铵（*w*(NH4)2SiF6≥99.99 %）于250 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入50 mL水，使其溶解，移入1000 mL塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。储存在塑料瓶中。此溶液1 mL含1.0 mg硅。

5.24 锡标准贮存溶液：称取1.0000 g金属锡（*w*Sn≥99.99 %）于500 mL烧杯中，加入50 mL盐酸（5.1），低温溶解，冷却，移入1000 mL容量瓶中，补加20 mL盐酸（5.1），用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1.0 mg锡。

5.25 钽标准贮存溶液：称取1.0000 g金属钽（*w*Ta≥99.95%）于100 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入5 mL硝酸（5.3），加入5 mL氢氟酸（5.2），盖上聚四氟乙烯表面皿，低温加热溶解，冷却，移入1000 mL塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1.0 mg钽。

5.26 钛标准贮存溶液：称取1.0000 g金属钛（*w*Ti≥99.99 %）于100 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入5mL硝酸（5.3），加入5mL氢氟酸（5.2），盖上聚四氟乙烯表面皿，低温加热溶解，冷却，移入1000 mL塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1.0 mg钛。

5.27 钒标准贮存溶液：称取1.7852 g五氧化二钒（*w*V2O5≥99.99 %）于150 mL烧杯中，加入50 mL盐酸（5.1），低温（≤75℃）加热溶解，冷却，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1.0 mg钒。

5.28 钨标准贮存溶液：称取1.7942 g钨酸钠（*w*Na2WO4·2H2O≥99.90 %）于150 mL烧杯中，加入50 mL水，加热溶解，冷却，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1.0 mg钨。

5.29 锌标准贮存溶液：称取1.0000 g金属锌（*w*Zn≥99.99%）于250 mL烧杯中，加入30 mL盐酸（5.4），使其溶解完全，冷却，移入1000 mL容量瓶中，补加80 mL盐酸（5.4），用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1.0 mg锌。

5.30 铍标准贮存溶液：称取 19.6418g优级纯硫酸铍（BeSO4·4H2O）于500 mL烧杯中，加入50 mL水溶解，再加入50 mL硝酸（5.3），冷却，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1.0 mg铍。

5.31 钾标准贮存溶液：称取1.9068 g氯化钾（*w*KCl≥99.99%）（预先在500℃～600℃灼烧至恒重）于500 mL烧杯中，加入200 mL水，使其溶解，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1.0mg钾。

5.32 锂标准贮存溶液：称取9.9331 g硝酸锂（*w* LiNO3≥99.99%）于500 mL烧杯中，加入50mL硝酸（5.5），使其溶解，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1.0mg锂。

5.33 锂标准溶液A：移取10.00 mL锂标准贮存溶液（5.32）于1000 mL容量瓶中，补加50 mL硝酸（5.3），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含10 μg锂。

5.34 锂标准溶液B：移取10.00 mL锂标准溶液A（5.33）于100 mL容量瓶中，补加5 mL硝酸（5.3），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1.0 μg锂。

5.35 混合标准溶液C：分别移取10.00 mL各标准贮存溶液（5.8～5.31）于1000 mL塑料容量瓶中，补加50 mL硝酸（5.3），加入50 mL氢氟酸（5.2），50 mL盐酸（5.1）用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含10 μg铝、铍、钴、铜、铬、钙、铁、锗、铪、钾、锰、镁、钼、铌、镍、钠、铅、硅、锡、钽、钛、钒、钨、锌。

注1：上述5.8~5.32标准贮存溶液也可以采用能够量值溯源的有证标准溶液或按照GB/T 602配制的标准溶液。

5.36 氩气（体积分数≥99.99 %）。

6 仪器设备

6.1 电感耦合等离子体发射光谱仪，具备耐氢氟酸进样系统。

6.2 推荐分析谱线见表2。

表2 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 | Nb | 269.706 | Zr |
| 167.078 | / | 309.418 | / |
| Be | 313.042 | / | 316.340 | / |
| Co | 230.786 | Zr Nb | Ni | 231.604 | Zr |
| 238.892 | Zr Fe | 221.648 | Zr Nb |
| Cu | 324.752 | Nb | Na | 589.592 | Zr |
| 224.700 | Nb | Pb | 220.353 | Zr Nb |
| Cr | 205.618 | Zr | 168.215 | Zr Nb |
| 267.716 | Zr Nb | 405.781 | Nb |
| 205.560 | / | Si | 251.611 | Nb |
| 表2 元素分析谱线(续) | | | | | |
| 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 |
| Ca | 393.366 | Zr | Si | 212.412 | Nb |
| 317.933 | / | Sn | 249.950 | / |
| Fe | 238.204 | / | 242.170 | Zr |
| 259.939 | Nb | 189.927 | Zr |
| Ge | 303.907 | / | 175.790 | Nb |
| 219.871 | / | Ta | 240.063 | Hf |
| Hf | 264.141 | / | 226.230 | Nb |
| 232.247 | / | Ti | 336.121 | Zr Nb |
| K | 766.491 | / | 334.940 | Zr Nb Hf |
| Li | 670.780 | / | V | 309.310 | Nb |
| Mn | 257.610 | Zr Nb | 290.880 | Nb |
| 259.372 | Nb | W | 207.912 | Nb Hf |
| Mg | 280.271 | / | Zn | 213.856 | Zr |
| 279.553 | / | 206.200 | / |
| Mo | 202.031 | Zr Nb | 202.613 | / |
| 202.095 | Nb | / | / | / |

7 样品

样品长度不大于5 mm的碎屑。

8 试验步骤

8.1 试料

按表3称取样品（7），精确至0.0001g。

表3 称样量

|  |  |
| --- | --- |
| 质量分数/% | 试料量/g |
| 0.00010～5.00 | 0.50 |
| ＞5.00～35.00 | 0.10 |

8.2 空白试验

随同试料做空白试验，当基体或合金成分影响待测元素测定结果，同时进行基体或合金成分匹配。

8.3 分析试液的制备

将试料（8.1）置于250 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入5 mL～10 mL水，分次加入2 mL氢氟酸（5.2），待溶解反应停止，滴加1 mL～2 mL硝酸（5.3）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，冷却，移入100 mL塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

8.4 工作曲线溶液的配制

8.4.1 待测元素质量分数为0.00010%~0.020%

称取一系列与试料中锆质量浓度相当的锆基体（5.6）于一组250 mL聚四氟乙烯烧杯中，若合金成分影响待测元素测定结果，则在锆基体里加入与试料合金成分质量相当的标准溶液进行完全合金匹配，并按照8.3步骤进行溶解，冷却，转入100mL塑料容量瓶中，按照表4加入被测元素标准溶液，用水稀释至刻度，混匀。

表4 待测元素校准点

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 分析元素 | 相应试料中  元素含量/% | 加入的  标准溶液 | 加入标准溶液的体积/mL | | | | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 |
| Li | 0.00010~0.0010 | 标准溶液B(5.34) | 0 | 0.50 | 1.00 | 2.00 | 3.00 | 4.00 | 5.00 | — |
| Co | 0.00050~0.020 | 混合标准溶液C(5.35) | 0 | 0.25 | 0.50 | 1.00 | 2.50 | 5.00 | 7.50 | 10.00 |
| Be、Cr、Mn、Mg、Ni、Na、Zn | 0.0010~0.020 | 0 | — | 0.50 | 1.00 | 2.50 | 5.00 | 7.50 | 10.00 |
| Al、Cu、Ca、Hf、K、Mo、Pb、Si、Ta、Ti、V、W | 0.0020~0.020 | 0 | — | — | 1.00 | 2.50 | 5.00 | 7.50 | 10.00 |
| Fe、Ge、Nb、Sn | 0.0050~0.020 | 0 | — | — | — | 2.50 | 5.00 | 7.50 | 10.00 |

8.4.2 待测元素质量分数为＞0.020%~0.50%

称取一系列与试料中锆质量浓度相当的锆基体（5.6）于一组250 mL聚四氟乙烯烧杯中，若合金成分影响待测元素测定结果，则在锆基体里加入与试料合金成分质量相当的标准溶液进行完全合金匹配并按照8.3步骤进行溶解，冷却，转入100mL塑料容量瓶中，按照表5加入被测元素标准贮存溶液（5.8~5.29），用水稀释至刻度，混匀。

表5 待测元素校准点

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 分析元素 | 相应试料中  元素含量/% | 加入标准溶液的体积/mL | | | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Al、Co、Cu、Ca、  Ge、Mn、Mg、Mo、  Na、Pb、Si、Ta、  Ti、V、W、Zn | 0.020~0.10 | 0 | 0.10 | 0.20 | 0.30 | 0.40 | 0.50 | — |
| Cr、Fe、Hf、Nb、Sn | 0.020~0.50 | 0 | 0.10 | 0.30 | 0.50 | 1.00 | 2.00 | 2.50 |
| Ni | 0.020~0.15 | 0 | 0.10 | 0.20 | 0.30 | 0.50 | 0.75 | — |

8.4.3 铪、铌、锡元素质量分数为＞0.50%~5.00%

称取一系列与试料中锆质量浓度相当的锆基体（5.6）于一组250 mL聚四氟乙烯烧杯中，按照8.3步骤进行溶解，冷却，转入100mL塑料容量瓶中，按照表6加入铪标准贮存溶液（5.15）、铌标准贮存溶液（5.19）、锡标准贮存溶液（5.24），用水稀释至刻度，混匀。

表6 待测元素校准点

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 分析元素 | 相应试料中  元素含量/% | 加入标准溶液的体积/mL | | | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Hf 、Nb | 0.50~5.00 | 0 | 2.50 | 5.00 | 10.00 | 15.00 | 20.00 | 25.00 |
| Sn | 0.50~4.00 | 0 | 2.50 | 5.00 | 10.00 | 15.00 | 20.00 | — |

8.4.4 铌元素质量分数为＞5.00%~35.00%

称取一系列与试料中锆质量浓度相当的锆基体（5.6）于一组250 mL聚四氟乙烯烧杯中，按照8.3步骤进行溶解，冷却，转入100mL塑料容量瓶中，分别加入0 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL、25.00 mL、30.00 mL、35.00 mL铌标准贮存溶液（5.19），用水稀释至刻度，混匀。

注2：以上8.4.1~8.4.4 工作曲线的绘制也可根据实际情况适当增加或调整标准曲线的校准点。

8.4.5 实物标准样品系列溶液的制备

选择与试料基体一致、待测元素质量分数呈梯度变化的一系列实物标准样品（5.7），称取与试料相当的量，随同试料制备实物标准样品系列溶液。

8.5 测定

8.5.1 根据试液（8.3）中待测元素的种类及含量范围，选择与待测元素含量相近的系列工作曲线溶液（8.4），保证每种元素包括零点在内不少于4个的校准点进行工作曲线拟合。于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，按表2推荐的波长处测定系列校准溶液（8.4）中各元素的发射强度，以浓度为横坐标，发射强度为纵坐标，绘制工作曲线，确保各元素工作曲线线性相关系数*r*≥0.996。

8.5.2 在8.4绘制好的工作曲线下，进行空白溶液（8.2）和试液（8.3）的测定，检查各待测元素谱线的背景并在适当的位置进行背景校正，软件自动计算得到各待测元素的质量浓度。

9 试验数据处理

各元素含量以各元素的质量分数*w*x计，按公式（2）计算：

……………………………（2）

式中：

*ρ*1——试液中元素的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*ρ*0——空白溶液的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*V*——测试试液的体积，单位为毫升（mL）；

*m*——试料的质量，单位为克（g）。

当测定结果小于0.10 %时，结果保留两位有效数字；当测定结果不小于0.10 %时，保留至小数点后两位。数字修约执行GB/T 8170。

10 精密度

10.1 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*）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。

表7 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 |
| 表7 重复性限（续） | | | | | |
| 元素 | 质量分数/% | 重复性限 /% | 元素 | 质量分数/% | 重复性限 /% |
| Cu | 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 |

10.2 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8数据采用线性内插法或外延法求得。

表8 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 |
| 表8 再现性限（续） | | | | | |
| 元素 | 质量分数/% | 再现性限 /% | 元素 | 质量分数/% | 再现性限 /% |
| K | 0.018 | 0.001 | Ti | 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 |

11 试验报告

试验报告应至少包括下列内容：

——试样；

——使用的标准（包括发布或出版年号）；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——测定中观察到的异常现象；

——试验日期。

附录A

(资料性)

精密度试验原始数据

精密度试验原始数据是2021年由9家实验室分别对锆及锆合金中铌的6个不同水平，铪的5个不同水平，铝、钴、铜、铬、铁、镁、锰、钼、镍、铅、硅、锡、钛、钒、钨、钽、钙、锌、钠的4个不同水平,锂、钾、铍、锗的3个不同水平样品进行共同试验确定。每个实验室分别对每个水平的铝、铍、钴、铜、铬、钙、铁、锗、铪、钾、锂、锰、镁、钼、铌、镍、钠、铅、硅、锡、钽、钛、钒、钨、锌、的含量在重复性条件下独立测定11次。数据统计结果见表A.1~A6。

表A.1水平1统计结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 结果可接受的实验室个数 | 可接受的数据个数 | 平均值  /% | 重复性标准差  *Sr* | 再现性标准差  *SR* | 重复性限  *r*/% | 再现性限  *R*/% |
|
| Al | 9 | 99 | 0.0042 | 0.00014 | 0.00028 | 0.0004 | 0.0008 |
| Be | 10 | 110 | 0.0020 | 0.00008 | 0.00011 | 0.0002 | 0.0003 |
| Co | 9 | 99 | 0.0020 | 0.00007 | 0.00011 | 0.0002 | 0.0003 |
| Cu | 9 | 99 | 0.0040 | 0.0001 | 0.0002 | 0.0004 | 0.0004 |
| Cr | 9 | 99 | 0.0020 | 0.00007 | 0.00010 | 0.0002 | 0.0003 |
| Ca | 9 | 99 | 0.0040 | 0.00008 | 0.00014 | 0.0002 | 0.0004 |
| Fe | 9 | 99 | 0.030 | 0.0006 | 0.0009 | 0.002 | 0.003 |
| Ge | 10 | 110 | 0.010 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0007 | 0.0008 |
| Hf | 7 | 77 | 0.0044 | 0.0001 | 0.0002 | 0.0004 | 0.0007 |
| K | 10 | 110 | 0.0040 | 0.0001 | 0.0002 | 0.0004 | 0.0005 |
| Li | 10 | 110 | 0.00020 | 0.00001 | 0.00001 | 0.00003 | 0.00004 |
| Mn | 9 | 99 | 0.0020 | 0.00006 | 0.00008 | 0.0002 | 0.0002 |
| Mg | 9 | 99 | 0.0020 | 0.00005 | 0.00009 | 0.0001 | 0.0002 |
| Mo | 9 | 99 | 0.0040 | 0.00007 | 0.00011 | 0.0002 | 0.0003 |
| Nb | 9 | 99 | 0.011 | 0.00035 | 0.00085 | 0.001 | 0.002 |
| Ni | 9 | 99 | 0.0020 | 0.00009 | 0.00016 | 0.0002 | 0.0004 |
| Na | 8 | 88 | 0.0020 | 0.00009 | 0.00019 | 0.0002 | 0.0004 |
| Pb | 9 | 99 | 0.0040 | 0.00012 | 0.00013 | 0.0003 | 0.0004 |
| Si | 8 | 88 | 0.010 | 0.0003 | 0.0005 | 0.001 | 0.002 |
| Sn | 9 | 99 | 0.011 | 0.0005 | 0.0012 | 0.001 | 0.004 |
| Ta | 9 | 99 | 0.0041 | 0.00020 | 0.00021 | 0.0006 | 0.0006 |
| Ti | 8 | 88 | 0.0040 | 0.00009 | 0.00011 | 0.0002 | 0.0003 |
| V | 9 | 99 | 0.0041 | 0.00009 | 0.00022 | 0.0003 | 0.0006 |
| W | 9 | 99 | 0.0040 | 0.00013 | 0.00017 | 0.0004 | 0.0005 |
| Zn | 9 | 99 | 0.0020 | 0.00005 | 0.00007 | 0.0001 | 0.0002 |

表A.2水平2统计结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | | 结果可接受的实验室个数 | 可接受的数据个数 | 平均值  /% | 重复性标准差  *Sr* | 再现性标准差  *SR* | 重复性限  *r*/% | 再现性限  *R*/% |
|
| Al | | 8 | 88 | 0.020 | 0.0004 | 0.0005 | 0.001 | 0.001 |
| Be | | 10 | 110 | 0.010 | 0.0002 | 0.0003 | 0.0006 | 0.0008 |
| Co | | 9 | 99 | 0.010 | 0.0003 | 0.0003 | 0.001 | 0.001 |
| 表A.2水平2统计结果（续） | | | | | | | | |
| 元素 | 结果可接受的实验室个数 | 可接受的数据个数 | 平均值  /% | 重复性标准差  *Sr* | 再现性标准差  *SR* | 重复性限  *r*/% | 再现性限  *R*/% |
| Cu | 9 | 99 | 0.020 | 0.0004 | 0.0005 | 0.001 | 0.001 |
| Cr | 9 | 99 | 0.0092 | 0.0001 | 0.0011 | 0.0004 | 0.0032 |
| Ca | 9 | 99 | 0.020 | 0.0004 | 0.0007 | 0.001 | 0.002 |
| Fe | 9 | 99 | 0.091 | 0.0008 | 0.0026 | 0.002 | 0.007 |
| Ge | 10 | 110 | 0.050 | 0.0005 | 0.0006 | 0.001 | 0.002 |
| Hf | 9 | 99 | 0.053 | 0.0008 | 0.002 | 0.002 | 0.007 |
| K | 10 | 110 | 0.010 | 0.0002 | 0.0003 | 0.001 | 0.001 |
| Li | 10 | 110 | 0.00050 | 0.00002 | 0.00002 | 0.00005 | 0.00006 |
| Mn | 9 | 99 | 0.010 | 0.0003 | 0.0004 | 0.001 | 0.001 |
| Mg | 9 | 99 | 0.010 | 0.0003 | 0.0003 | 0.001 | 0.001 |
| Mo | 9 | 99 | 0.020 | 0.0005 | 0.0005 | 0.001 | 0.001 |
| Nb | 9 | 99 | 0.20 | 0.0044 | 0.0062 | 0.01 | 0.02 |
| Ni | 9 | 99 | 0.010 | 0.0002 | 0.0003 | 0.001 | 0.001 |
| Na | 8 | 88 | 0.010 | 0.0003 | 0.0004 | 0.001 | 0.001 |
| Pb | 9 | 99 | 0.020 | 0.0005 | 0.0007 | 0.001 | 0.002 |
| Si | 8 | 88 | 0.030 | 0.0006 | 0.0010 | 0.002 | 0.003 |
| Sn | 9 | 99 | 0.21 | 0.004 | 0.010 | 0.01 | 0.03 |
| Ta | 9 | 99 | 0.020 | 0.0005 | 0.0009 | 0.001 | 0.002 |
| Ti | 9 | 99 | 0.020 | 0.0004 | 0.0005 | 0.001 | 0.001 |
| V | 9 | 99 | 0.020 | 0.0005 | 0.0007 | 0.001 | 0.002 |
| W | 9 | 99 | 0.020 | 0.0004 | 0.0005 | 0.001 | 0.002 |
| Zn | 9 | 99 | 0.010 | 0.0003 | 0.0003 | 0.001 | 0.001 |

表A.3水平3统计结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 结果可接受的实验室个数 | 可接受的数据个数 | 平均值  /% | 重复性标准差  *Sr* | 再现性标准差  *SR* | 重复性限  *r*/% | 再现性限  *R*/% |
|
| Al | 9 | 99 | 0.050 | 0.0007 | 0.0009 | 0.002 | 0.002 |
| Be | 10 | 110 | 0.018 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0007 | 0.0009 |
| Co | 9 | 99 | 0.050 | 0.0007 | 0.0010 | 0.002 | 0.003 |
| Cu | 9 | 99 | 0.050 | 0.0007 | 0.0009 | 0.002 | 0.003 |
| Cr | 9 | 99 | 0.093 | 0.0010 | 0.0036 | 0.003 | 0.010 |
| Ca | 9 | 99 | 0.050 | 0.0007 | 0.0011 | 0.002 | 0.003 |
| Fe | 9 | 99 | 0.14 | 0.002 | 0.006 | 0.01 | 0.02 |
| Ge | 10 | 110 | 0.080 | 0.0010 | 0.0013 | 0.003 | 0.004 |
| Hf | 9 | 99 | 0.50 | 0.007 | 0.010 | 0.02 | 0.03 |
| K | 10 | 110 | 0.018 | 0.0003 | 0.0003 | 0.001 | 0.001 |
| Li | 10 | 110 | 0.00080 | 0.00003 | 0.00003 | 0.00008 | 0.00009 |
| Mn | 9 | 99 | 0.051 | 0.0007 | 0.0010 | 0.002 | 0.003 |
| Mg | 9 | 99 | 0.050 | 0.0007 | 0.0011 | 0.002 | 0.003 |
| Mo | 9 | 99 | 0.050 | 0.0006 | 0.0009 | 0.002 | 0.003 |
| 表A.3水平3统计结果（续） | | | | | | | |
| 元素 | 结果可接受的实验室个数 | 可接受的数据个数 | 平均值  /% | 重复性标准差  *Sr* | 再现性标准差  *SR* | 重复性限  *r*/% | 再现性限  *R*/% |
| Nb | 9 | 99 | 1.02 | 0.017 | 0.029 | 0.05 | 0.08 |
| Ni | 9 | 99 | 0.052 | 0.0007 | 0.0021 | 0.002 | 0.006 |
| Na | 8 | 88 | 0.050 | 0.0007 | 0.0007 | 0.002 | 0.002 |
| Pb | 9 | 99 | 0.050 | 0.0007 | 0.0012 | 0.002 | 0.003 |
| Si | 8 | 88 | 0.050 | 0.0006 | 0.0011 | 0.002 | 0.003 |
| Sn | 9 | 99 | 1.44 | 0.011 | 0.038 | 0.03 | 0.11 |
| Ta | 9 | 99 | 0.050 | 0.0007 | 0.0010 | 0.002 | 0.003 |
| Ti | 9 | 99 | 0.050 | 0.0009 | 0.0010 | 0.002 | 0.003 |
| V | 9 | 99 | 0.051 | 0.0008 | 0.0013 | 0.002 | 0.004 |
| W | 9 | 99 | 0.049 | 0.0007 | 0.0011 | 0.002 | 0.003 |
| Zn | 9 | 99 | 0.050 | 0.0007 | 0.0009 | 0.002 | 0.003 |

表A.4水平4统计结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 结果可接受的实验室个数 | 可接受的数据个数 | 平均值  /% | 重复性标准差  *Sr* | 再现性标准差  *SR* | 重复性限  *r*/% | 再现性限  *R*/% |
|
| Al | 9 | 99 | 0.080 | 0.0008 | 0.0009 | 0.002 | 0.003 |
| Co | 9 | 99 | 0.080 | 0.0010 | 0.0012 | 0.003 | 0.003 |
| Cu | 9 | 99 | 0.080 | 0.0010 | 0.0013 | 0.003 | 0.004 |
| Cr | 9 | 99 | 0.44 | 0.006 | 0.010 | 0.02 | 0.03 |
| Ca | 9 | 99 | 0.080 | 0.0010 | 0.0013 | 0.003 | 0.004 |
| Fe | 8 | 88 | 0.44 | 0.006 | 0.010 | 0.02 | 0.03 |
| Hf | 9 | 99 | 2.04 | 0.033 | 0.063 | 0.09 | 0.18 |
| Mn | 9 | 99 | 0.080 | 0.0010 | 0.0012 | 0.003 | 0.003 |
| Mg | 9 | 99 | 0.080 | 0.0011 | 0.0015 | 0.003 | 0.004 |
| Mo | 9 | 99 | 0.081 | 0.0008 | 0.0012 | 0.002 | 0.003 |
| Nb | 9 | 99 | 2.04 | 0.025 | 0.066 | 0.07 | 0.19 |
| Ni | 9 | 99 | 0.15 | 0.003 | 0.005 | 0.01 | 0.01 |
| Na | 8 | 88 | 0.080 | 0.0009 | 0.0012 | 0.002 | 0.003 |
| Pb | 9 | 99 | 0.080 | 0.0008 | 0.0014 | 0.002 | 0.004 |
| Si | 8 | 88 | 0.080 | 0.0010 | 0.0013 | 0.003 | 0.004 |
| Sn | 8 | 88 | 3.46 | 0.026 | 0.073 | 0.07 | 0.21 |
| Ta | 9 | 99 | 0.080 | 0.0008 | 0.0012 | 0.002 | 0.003 |
| Ti | 9 | 99 | 0.080 | 0.0010 | 0.0015 | 0.003 | 0.004 |
| V | 9 | 99 | 0.080 | 0.0011 | 0.0017 | 0.003 | 0.005 |
| W | 9 | 99 | 0.080 | 0.0011 | 0.0014 | 0.003 | 0.004 |
| Zn | 9 | 99 | 0.080 | 0.0009 | 0.0011 | 0.003 | 0.003 |

表A.5水平5统计结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 结果可接受的实验室个数 | 可接受的数据个数 | 平均值  /% | 重复性标准差  *Sr* | 再现性标准差  *SR* | 重复性限  *r*/% | 再现性限  *R*/% |
|
| Hf | 9 | 99 | 4.68 | 0.045 | 0.087 | 0.13 | 0.25 |
| 表A.5水平5统计结果（续） | | | | | | | |
| 元素 | 结果可接受的实验室个数 | 可接受的数据个数 | 平均值  /% | 重复性标准差  *Sr* | 再现性标准差  *SR* | 重复性限  *r*/% | 再现性限  *R*/% |
| Nb | 9 | 99 | 15.00 | 0.16 | 0.22 | 0.46 | 0.61 |

表A.6水平6统计结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 结果可接受的实验室个数 | 可接受的数据个数 | 平均值  /% | 重复性标准差  *Sr* | 再现性标准差  *SR* | 重复性限  *r*/% | 再现性限  *R*/% |
|
| Nb | 9 | 99 | 30.30 | 0.23 | 0.28 | 0.64 | 0.79 |