**炭阳极用煅后石油焦检测方法**

**第5部分： 微量元素含量的测定**

**电感耦合等离子体原子发射光谱法**

编制说明

**（送审稿）**

中铝郑州有色金属研究院有限公司

2023年7月

编制说明

一 工作简况

（一）任务来源

根据2020年8月全国有色金属标准化技术委员会有色标委[2020]61号文件征集标准项目计划的通知要求，提交YS/T 587.5-2006《炭阳极用煅后石油焦检测方法 第5部分：微量元素的测定》的标准修订计划。

2022年4月1日～12日，全国有色金属标准化技术委员会召开了有色金属标准项目论证工作的线上会议，对YS/T 587.5-2006《炭阳极用煅后石油焦检测方法 第5部分：微量元素的测定 》的修订进行了讨论和制订任务落实。

2022年4月，根据工信部《工业和信息化部办公厅关于印发2022年第一批行业标准制修订和外文版项目计划的通知》（工信厅科函[2022]94号），由中铝郑州有色金属研究院有限公司负责修订YS/T 587.5-2006《炭阳极用煅后石油焦检测方法 第5部分：微量元素的测定》，项目计划号：2022-0205T-YS。

（二）主要参加单位和工作成员及其所作的工作

2.1 主要参加单位情况

主编单位中铝郑州有色金属研究院有限公司在提交标准修订计划前，主动给各单位发函调研，就炭阳极用煅后焦中微量元素含量的检测ICP检测方法的具体操作步骤，如灰化温度和时间、灰分前处理方法以及测定元素种类等细节问题进行问卷调查，充分了解了行业内各单位ICP法测定炭阳极煅后焦中微量元素的检测方法及该方法的一些细节问题。参与调研单位包括山东南山铝业股份有限公司、昆明冶金研究院有限公司、内蒙古霍煤鸿骏铝电有限公司等单位，这些单位积极填写调研函，为主编单位标准编写提供真实有效的信息。

2.2 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

|  |  |
| --- | --- |
| 起草人 | 工作职责 |
| 张莹莹 | 主编人员，负责标准的工作指导、编写、试验方案的确定及组织协调 |
| 白万里、薛宁、吴豫强 | 主编人员，负责验证样品的取样与收集，负责试验方案的实施，试验数据的汇总与整理。 |
|  | 参编人员，对标准文本提出合理的修改意见，负责试验验证工作及验证报告的编写。 |

（三）主要工作过程

3.1预研阶段

YS/T 587.5-2006《炭阳极用煅后石油焦检测方法 第5部分：微量元素的测定》是直接从ISO 14435：2005翻译过来，在使用过程中主要问题有：标准中提到的灰化温度和时间为“700℃±10℃，灼烧2h”，实际操作过程中700℃下一般需要4h以上才能灰化完全，且元素含量的测定不需要计算试样的灰分含量，计算试样灰分含量部分应该删除；标准中提到第三部分干扰这一部分是直接从国际标准中翻译过来，结合目前ICP法国内标准编写内容，该部分可以删除；结合近些年来国内外煅后石油焦行业质量指标的需求和环保的要求，增加Cr、K、P、Pb元素的测定；测定元素范围修改为质量分数，扩展元素的测定范围：钙元素的测定范围为0.0010～0.10%；铁元素的测定范围为0.0040～0.10%；铝元素的测定范围为0.0015～0.10%；镍元素的测定范围为0.0003～0.050%；硅元素的测定范围为0.0060～0.10%；钠元素的测定范围为0.0010～0.050%；钛元素的测定范围为0.0001～0.0050%；钒元素的测定范围为0.0002～0.10%，见表2；精密度部分的计算和表达直接从国际标准翻译过来，应该结合目前国家标准和行业标准的精密度统计方法进行统计计算；另外标准文本也有很多编辑性漏洞。因此，为了提高煅后石油焦中元素含量检测的精度，更好地满足当今煅后石油焦材料检测需要，特别是出口产品，同时为满足当今环境保护检测要求，有必要对YS/T 587.5-2006《炭阳极用煅后石油焦检测方法 第5部分：微量元素的测定》进行修订并提出了该标准的修订计划。

表2 测定元素及建议的波长

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 元素 | 波长/nm | 测定范围/% |
| 铝 | 396.152 | 0.0015～0.10 |
| 钡 | 455.403 | 0.0001～0.0065 |
| 钙 | 317.933,393.366 | 0.0010～0.10 |
| 铬 | 267.716,283.563 | 0.0001～0.0050 |
| 铁 | 259.940 | 0.0040～0.10 |
| 钾 | 766.491 | 0.0005～0.010 |
| 镁 | 279.553,285.213 | 0.0005～0.0050 |
| 锰 | 257.610 | 0.0001～0.0050 |
| 镍 | 231.604 | 0.0003～0.050 |
| 磷 | 177.495 | 0.0002～0.0050 |
| 硅 | 212.412,288.159 | 0.0060～0.10 |
| 钠 | 588.995,589.592 | 0.0010～0.050 |
| 钛 | 334.941,336.121 | 0.0001～0.0050 |
| 钒 | 292.402 | 0.0002～0.10 |
| 锌 | 206.200,213.856 | 0.0001～0.0020 |
| 铅 | 220.353 | 0.0001～0.0050 |

3.2 立项阶段

根据2020年8月全国有色金属标准化技术委员会有色标委[2020]61号文件征集标准项目计划的通知要求，提交YS/T 587.5-2006《炭阳极用煅后石油焦检测方法 第5部分：微量元素的测定 》的标准修订计划。

3.3起草阶段：

3.3.1 召开任务落实会议

2022年4月1日～12日，全国有色金属标准化技术委员会召开了有色金属标准项目论证工作的线上会议，对YS/T 587.5-2006《炭阳极用煅后石油焦检测方法 第5部分：微量元素的测定》的修订进行了讨论和制订任务落实。会议明确由中铝郑州有色金属研究院有限公司负责修订YS/T 587.5-2006《炭阳极用煅后石油焦检测方法 第5部分：微量元素的测定 》，项目计划号：2022-0205T-YS；由山东南山铝业股份有限公司、昆明冶金研究院有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、岛津企业管理（中国）有限公司、内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司、酒泉钢铁（集团）有限责任公司6家单位参与标准修订工作。

3.3.2 标准起草和复验

线上会议后主编单位积极准备样品，进行标准复验复核工作。我们依托国家轻金属质量监督检验中心对铝用炭素中微量元素的相关分析数据，并结合查找的相关文献资料，通过实验，最终确定实验方案，形成了征求意见稿。2022年9月主编单位分发了验证样品给各参编单位（6家），收集对征求意见稿的反馈信息，汇总、分析意见和建议，与提出建议和意见的实验室充分沟通，完善补充修改征求意见稿，形成预审稿。

3.4 征求意见阶段：

3.4.1 标准征求意见会议

2023年6月25日～28日，在沈阳市召开了有色金属标准工作会议，会议对YS/T 273.5-202×《炭阳极用煅后石油焦检测方法 第5部分：微量元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》进行了预审。标准主编单位中铝郑州有色金属研究院有限公司代表编制组汇报了《征求意见稿》及试验验证工作开展情况。来自多山东南山铝业股份有限公司、昆明冶金研究院有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、岛津企业管理（中国）有限公司、内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司5家单位的代表参加了会议，提出了很多好的意见和建议，同时与会代表对《编制说明》也提出了要求。预审会议后，项目组针对代表提出的意见和建议，及时总结写出了《预审会议纪要》。

3.4.2 标准发函征求意见情况

2023年7月，标准主编单位对YS/T 587.5-202×《炭阳极用煅后石油焦检测方法 第5部分：微量元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》进行了广泛征求意见，共发送单位18个，回函的单位数18个，回函并有建议或意见的单位数14个，回函并没有建议或意见单位数4个。根据征求意见稿的回函情况，针对各家反馈的意见情况，进行了补充实验，根据实验和验证结果，并征求各参编单位意见，对标准文本进行了修改，编写了《标准征求意见稿的征求意见汇总表》，于2023年7月形成标准送审稿和送审稿编制说明。

3.5 审查阶段：

3.6 报批阶段：

二 标准编制原则

1）以满足我国电解铝行业的实际生产和使用的需要为原则，不断提高标准的适用性。

2）应用现代化的仪器提高分析的灵敏度和准确度，分析速度。

3）以人为本充分考虑环保的要求，不使用有毒有害的有机试剂。

4）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》和有色加工产品标准和国家标准编写示例的要求进行格式和结构编写。

三 标准主要内容的确定依据及主要试验和验证情况分析

（一）标准题目的确定

本次修订的题目由YS/T 587.5-2006《炭阳极用煅后石油焦检测方法 第5部分：微量元素的测定》修改为YS/T 587.5-202×《炭阳极用煅后石油焦检测方法 第5部分 微量元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》。参考目前相关ICP检测方法的国家标准和行业标准，在标准名称中应加入具体检测方法。

（二）标准的适用范围

本部分规定了炭阳极用煅后石油焦中微量元素的测定方法。

本部分适用于炭阳极用煅后石油焦灰分（质量分数）小于1%的样品中的微量元素的测定，也适用于石油焦、预焙阳极中微量元素的测定。

（三）实验部分

3.1 试剂与设备

3.1.1 无水偏硼酸锂熔剂（优纯级）。

3.1.2硝酸：优纯级（65%）。

3.1.3硝酸溶液（1+9）。

3.1.4基体溶液：称取20g±0.1g偏硼酸锂放入铂皿中，置于1000℃高温炉中熔融5min，熔融成液体，取出冷却，将盛有已冷却重结晶的偏硼酸盐的铂皿和一个磁力搅拌棒，放到一个2L的玻璃杯中，加入1000mL硝酸溶液(10%)，在磁力加热板上缓慢加热并搅拌样品，直至偏硼酸盐完全溶解，用玻璃棒取出铂皿和磁力搅拌棒。用水冲洗铂皿和玻璃棒并入偏硼酸锂溶液中，将热溶液立即转移到2000mL容量瓶中用水稀释到1800mL以免结晶，混匀并冷却到室温，用水稀释至刻度，混匀，将全部溶液过滤备用。

3.1.5 标准溶液 :硝酸介质，元素浓度为1000μg/mL单元素或多元素标准溶液。

3.1.6电感耦合等离子体原子发射光谱仪

3.1.7 铂皿：100 mL。

3.1.8 烘箱：可控温度110 ℃±5 ℃。

3.1.9 高温炉：温度控制在1000℃±10℃。

3.1.10 超声波清洗机（带加热功能）。

3.1.11 灰挥炉：温度控制在700 ℃±10 ℃。

3.2样品前处理

* + 1. 灰化-偏硼酸锂熔融法

准确称量5.0000g试样置于50～80mL铂皿中，将铂皿放入高温炉中，升温至700℃±10℃，灼烧6h，使试料灰化完全，取出铂皿，置于干燥器中冷却至室温。称取0.50g偏硼酸锂均匀的完全铺盖在灰分上，将铂皿放入1000℃±10℃高温炉中灼烧2min，取出，轻轻转动铂皿中熔融物溶解灰分，继续在电炉中加热2min，直至获得透明熔融物。取出冷却至室温，加入25mL硝酸（10%），放入超声波池中，40℃振荡40min，至熔体彻底溶解完全。取出铂皿，将试样溶液转移至100mL容量瓶中，混匀，待测。取10mL上述溶液于100mL容量瓶中，加入25mL硝酸（10%），用水稀释至刻度，混匀，待测（超过校准曲线上限的元素，分取后测定）。

* + 1. 标准溶液系列的配制

根据样品中各待测元素的含量，按表3各元素的质量浓度配制系列标准溶液。

标准溶液系列I：根据样品中待测元素的含量，于100 mL容量瓶中按表3各元素的质量浓度配制标准溶液系列1，为了保持与试液中锂浓度一致，再分别加入50mL基体溶液。（注意：K和Na的工作曲线单独配制。）

标准溶液系列II：加25 mL 10%硝酸于100 mL容量瓶中，再加入适量体积的待测元素标准溶液，为了保持与试液中锂浓度一致，再分别加入5mL基体溶液。用于测定分取液。

表3-1标准溶液系列I 单位：μg/mL

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | Std-0 | Std-1 | Std-2 | Std-3 | Std-4 | Std-5 | Std-6 | Std-7 | Std-8 |
| Al | 0.00 |  |  |  |  | 1.00 | 2.00 | 5.00 | 10.00 |
| Ba | 0.00 | 0.050 | 0.10 | 0.25 | 0.50 | 1.00 |  |  |  |
| Ca | 0.00 |  |  |  |  | 1.00 | 2.00 | 5.00 | 10.00 |
| Cr | 0.00 | 0.050 | 0.10 | 0.25 | 0.50 | 1.00 |  |  |  |
| Fe | 0.00 |  |  |  |  | 1.00 | 2.00 | 5.00 | 10.00 |
| Mg | 0.00 |  |  |  | 0.50 | 1.00 | 2.00 | 5.00 |  |
| Mn | 0.00 | 0.050 | 0.10 | 0.25 | 0.50 | 1.00 |  |  |  |
| Ni | 0.00 |  |  |  |  | 1.00 | 2.00 | 5.00 | 10.00 |
| Pb | 0.00 | 0.050 | 0.10 | 0.25 | 0.50 | 1.00 |  |  |  |
| Ti | 0.00 | 0.050 | 0.10 | 0.25 | 0.50 | 1.00 |  |  |  |
| V | 0.00 |  |  |  |  | 1.00 | 2.00 | 5.00 | 10.00 |
| Zn | 0.00 | 0.050 | 0.10 | 0.25 | 0.50 | 1.00 |  |  |  |
| K | 0.00 | 0.20 | 0.50 | 1.00 | 5.00 |  |  |  |  |
| Na | 0.00 | 0.50 | 1.00 | 5.00 | 10.00 | 20.00 |  |  |  |
| Si | 0.00 | 2.34 | 5.84 | 11.69 | 17.53 |  |  |  |  |
| P | 0.00 | 0.10 | 0.20 | 0.50 | 1.00 |  |  |  |  |

表3-2标准溶液系列II 单位：μg/mL

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
|  | Std-0 | Std-1 | Std-2 | Std-3 |
| Al | 0.00 | 1.00 | 2.00 | 5.00 |
| Ca | 0.00 | 1.00 | 2.00 | 5.00 |
| Fe | 0.00 | 1.00 | 2.00 | 5.00 |
| Ni | 0.00 | 1.00 | 2.00 | 5.00 |
| V | 0.00 | 1.00 | 2.00 | 5.00 |

* 1. 条件实验

3.3.1 分析线的选择

根据高含量元素选择次灵敏线，低含量元素选择最灵敏线的原则，选择工作曲线线性相关系数n>0.999，且干扰小或无干扰的谱线作为待测元素的分析线：Al 396.1nm、Ba 455.4nm、Ca 317.9nm、Cr 267.7nm、Fe 259.9nm、K 766.4nm、Mg 285.2nm、Mn 257.6nm、Na 589.5nm、Ni 231.6nm、P 177.4nm、Pb 220.3nm、Si 288.1nm、Ti336.1nm、V 292.4nm、Zn 213.8nm。

* + 1. 灰化条件的选择

灰化温度和灰化时间对测定结果至关重要。灰化温度低灰化时间短，有碳残留，后面熔融过程中会对铂皿造成损害，另外熔剂不能熔解未灰化完的碳，会造成结果偏低。同时灰化温度不能超过750℃，温度过高时，可能引起K、Na、Zn等元素的挥发损失。因此灰化温度保留700℃，灼烧至恒重即为灰化完全。此时的灰分呈现黑灰色或褐色，附着在铂皿的底部。

表4-1灰化时间对灰化效果的影响

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 单位:g | | | | |
|  | 石油焦1# | 石油焦2# | 阳极1# | 阳极2# |
| m0 | 42.2637 | 39.8261 | 42.7975 | 40.3380 |
| m3h | 38.8384 | 36.3978 | 39.0346 | 36.8954 |
| m4h | 38.0077 | 35.5881 | 38.1903 | 35.9410 |
| m5h | 37.4038 | 34.9923 | 37.8208 | 35.3669 |
| m6h | 37.2785 | 34.8386 | 37.8207 | 35.3527 |
| m6.5h | 37.2805 | 34.8399 | 37.8213 | 35.3532 |
| 6h灰化完全 | | | | |

表4-2灰化时间对灰化效果的影响

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 单位：g | | | | | | |
|  | 煅后焦1# | 煅后焦2# | 煅后焦3# | 煅后焦4# | 煅后焦5# | 煅后焦6# |
| m0 | 42.7366 | 42.6465 | 43.3222 | 42.5453 | 40.3422 | 41.7543 |
| m2h | 40.5501 | 40.3813 | 40.8769 | 40.1754 | 37.5167 | 39.2641 |
| m5h | 38.2992 | 38.1460 | 38.5916 | 37.9749 | 35.3699 | 36.9262 |
| m6h | 37.7448 | 37.6591 | 38.3324 | 37.5489 | 35.3685 | 36.7829 |
| m7h | 37.7438 | 37.6597 | 38.3325 | 37.5482 | 35.3684 | 36.7825 |
| 6h灰化完全 | | | | | | |

分别对选石油焦、阳极和煅后焦样品进行灰化实验，有表4-1和4-2结果可以看出，700℃下灰化6h可灼烧至恒重。对于煤沥青，灰化条件完全不同。建议把煤沥青的检测方法从标准中剔除。因此原标准中灰化条件由“700℃±10℃，灼烧2h”改为“700℃±10℃，灼烧6h”。

* + 1. 基体和共存元素的干扰

铝用炭素材料灰化后的灰分主要含有铝、钙、铁、钠、镍、硅和钒等元素，这些元素质量分数都低于0.1%，因此共存元素之间的干扰可以忽略。

采用偏硼酸锂熔融样品，酸化后的样品溶液中含有大量碱金属锂，锂作为易电离元素被引入仪器后，会对待测元素产生电离干扰，从而影响结果的准确性。

在16种待测元素的混合标准溶液中分别加入0.025g、0.050g 和0.50 g的偏硼酸锂，再加入25 mL10%硝酸，微热至偏硼酸锂溶解后冷却至室温，定容于100mL容量瓶中（控制待测元素的质量浓度为1.00μg/mL）。使用ICP-AES测定待测元素的光谱强度比，结果见表5。偏硼酸锂对各元素的干扰用偏差值*I*表示，*I*=(*Ii*-*I0*)/*I0*，*I*值越偏离1，则偏硼酸锂对待测元素的干扰越大。（其中*I0*是未加偏硼酸锂测得的各元素的谱线强度；*Ii*是分别加入.025g、0.050g 和0.50 g的偏硼酸锂后测得的各元素的谱线强度。）结果表明：偏硼酸锂加入量为0.5g时，对待测元素有影响，因此在配制标准溶液系列Ⅰ时，需要加入50mL基体溶液，使其保持与测试溶液中一致的偏硼酸锂浓度；偏硼酸锂加入量为0.050g时，对钠、镍、铅的影响较大，对其他待测元素的影响较小，因此在测定分取液时，标准溶液系列II加入5mL基体溶液，使其保持与测试溶液中一致的偏硼酸锂浓度。

表5 熔剂对测定元素的影响

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
|  | 0.025g偏硼酸锂 | 0.05g偏硼酸锂 | 0.5g偏硼酸锂 |
| Al3961 | 1.02 | 1.02 | 1.01 |
| Ba4554 | 1.01 | 0.99 | 0.89 |
| Ca3179 | 1.01 | 0.95 | 0.97 |
| Ca3933 | 1.04 | 0.99 | 0.92 |
| Cr2677 | 1.04 | 1.02 | 1.02 |
| Cr2835 | 1.05 | 1.03 | 1.01 |
| Fe2599 | 1.02 | 1.00 | 0.93 |
| K\_7664 | 1.01 | 1.00 | 0.87 |
| Mg2795 | 1.07 | 1.05 | 1.06 |
| Mg2852 | 1.02 | 1.04 | 1.15 |
| Mn2576 | 1.05 | 1.02 | 1.01 |
| Na5895 | 1.11 | 1.08 | 0.89 |
| Ni2316 | 0.97 | 0.90 | 0.81 |
| P1774 | 1.14 | 1.05 | 1.02 |
| Pb2203 | 0.94 | 0.87 | 0.72 |
| Si2124 | 1.04 | 0.97 | 1.04 |
| Si2881 | 1.02 | 0.99 | 1.04 |
| Ti3361 | 1.02 | 1.00 | 0.93 |
| V2924 | 1.02 | 0.99 | 0.95 |
| Zn2138 | 1.00 | 0.97 | 1.00 |

* 1. 样品分析
     1. 测定

3.4.1.1 准确称量5.0000g试样置于50～80mL铂皿中，将铂皿放入高温炉中，升温至700℃±10℃，灼烧6h，使试料灰化完全，取出铂皿，置于干燥器中冷却至室温。

3.4.1.2 称取0.50g偏硼酸锂，将偏硼酸锂均匀地撒在残渣上，将铂皿放入1000℃±10℃高温炉中灼烧2min，取出，轻轻转动铂皿中熔融物溶解残渣，继续在电炉中加热2min，直至获得透明熔融物。

注：残渣必需完全熔化，总加热时间是4min，如果加热时间超过4min可能造成钠的损失，如果加热时间少于4min，则可能部分残渣不能溶解。

3.4.1.3 把熔融物置于陶瓷散热板上冷却5min～10min，加入25mL硝酸溶液（10%），立即放入超声波浴中，直至熔融物彻底溶解（保持溶液在50℃以下避免生成硅酸沉淀）。取出铂皿，用水洗涤，溶液转移到100mL容量瓶中，加水稀释至刻度，混匀，待测。

3.4.1.4 根据试料中各元素的含量，按表6移取相应体积的试液3于容量瓶中，加入10mL硝酸溶液(10%)，用水稀释至刻度，混匀。

表6

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 质量分数/% | 移取体积/mL | 容量瓶体积/mL | 稀释倍数*R* |
| 0.0001%～0.02% | 全部 | 100 | 1 |
| >0.02%～0.10% | 10.00 | 100 | 10 |

* + 1. 工作曲线和方法检出限

在仪器最佳工作条件下，对标准溶液系列I进行测定，以待测元素的质量浓度为横坐标，相对应的发射光谱强度比为纵坐标，绘制校准曲线，结果见表7。在相同工作条件下，对空白溶液连续测量11次，以测定结果的3倍标准偏差确定方法的检出限，以10倍标准偏差确定方法的定量限，结果亦见表7。

表7-1标准溶液系列I（*n*=11)

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 分析线/nm | 线性范围(μg/mL) | 线性方程 | 相关系数（*r*） | 标准偏差  （μg/mL） | 检出限  （μg/mL） | 定量限（μg/mL） |
| Al | 396.152 | 1.00～10.00 | *y*=716.117031*x*+74.110460 | 0.999 931 | 0.0106 | 0.032 | 0.11 |
| Ba | 455.403 | 0.10～1.00 | *y*=52599.93153*x*+409.061658 | 0.999 849 | 0.0001 | 0.0003 | 0.0010 |
| Ca | 317.933 | 1.00～10.00 | *y*=2117.755687*x*+285.537689 | 0.999 882 | 0.0016 | 0.0048 | 0.016 |
| 393.366 | 1.00～10.00 | *y*=144905.4643*x*+9704.31700 | 0.999 576 | 0.0003 | 0.0009 | 0.0030 |
| Cr | 267.716 | 0.10～1.00 | *y*=1553.168704*x*+14.404791 | 0.999 571 | 0.0014 | 0.0042 | 0.014 |
| 283.563 | 0.10～1.00 | *y*=1818.509551*x*+14.439198 | 0.999 366 | 0.0014 | 0.0042 | 0.014 |
| Fe | 259.940 | 2.00～10.00 | *y*=1228.243307*x*+29.280012 | 0.999 994 | 0.0019 | 0.0057 | 0.019 |
| Mg | 279.553 | 0.50～5.00 | *y*=68880.76275*x*+2504.72032 | 0.999 984 | 0.0001 | 0.0003 | 0.0010 |
| 285.213 | 0.50～5.00 | *y*=3959.512385*x*+117.791852 | 0.999 977 | 0.0008 | 0.0024 | 0.0080 |
| Mn | 257.610 | 0.10～1.00 | *y*=7040.560887*x*+129.568594 | 0.999 691 | 0.0003 | 0.0009 | 0.0030 |
| Ni | 231.604 | 2.00～10.00 | *y*=615.728672*x*+18.699513 | 0.999 920 | 0.0011 | 0.0033 | 0.011 |
| Pb | 220.353 | 0.10～1.00 | *y*=138.969742*x*+0.188905 | 0.999 838 | 0.0052 | 0.016 | 0.052 |
| Ti | 334.941 | 0.10～1.00 | *y*=7269.869230*x*+140.976350 | 0.999 764 | 0.0007 | 0.0021 | 0.0070 |
| 336.121 | 0.10～1.00 | *y*=8120.769589*x*+37.512566 | 0.999 786 | 0.0013 | 0.0039 | 0.013 |
| V | 292.402 | 1.00～10.00 | *y*=2442.550177*x*+2.706255 | 0.999 989 | 0.0008 | 0.0024 | 0.0080 |
| Zn | 206.200 | 0.10～1.00 | *y*=1995.019552*x*+13.562039 | 0.999 852 | 0.0003 | 0.0009 | 0.0030 |
| 213.856 | 0.10～1.00 | *y*=2093.246343*x*+19.064007 | 0.999 853 | 0.0003 | 0.0009 | 0.0030 |
| K | 766.490 | 0.40～5.00 | *y*=888.260285*x*+314.891875 | 0.999677 | 0.0132 | 0.040 | 0.13 |
| Na | 589.592 | 1.00～20.00 | *y*=2352.852308*x*+581.217856 | 0.999 981 | 0.0092 | 0.028 | 0.092 |
| P | 177.495 | 0.20～1.00 | *y*=28.862387*x-*0.031533 | 0.999 735 | 0.0092 | 0.028 | 0.092 |
| 178.284 | 0.20～1.00 | *y*=25.734133*x*+0.481080 | 0.999 686 | 0.0131 | 0.039 | 0.13 |
| Si | 212.412 | 2.34～17.53 | *y*=111.876178*x*+7.796283 | 0.999 863 | 0.0037 | 0.011 | 0.037 |
| 288.158 | 2.34～17.53 | *y*=312.595359*x*+28.305794 | 0.999 887 | 0.0070 | 0.021 | 0.070 |

表7-2标准溶液系列II

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 分析线/nm | 线性范围(μg/mL) | 线性方程 | 相关系数（*r*） |
| Al | 396.152 | 1.00～5.00 | *y*=798.489903*x*+52.571427 | 0.999 904 |
| Ca | 317.933 | 1.00～5.00 | *y*=2418.206573*x-*43.866984 | 0.999 895 |
| 393.366 | 1.00～5.00 | *y*=15694.4561*x*+2708.504302 | 0.999967 |
| Fe | 259.940 | 1.00～5.00 | *y*=1361.234962*x*+6.130292 | 0.999 974 |
| Ni | 231.604 | 1.00～5.00 | *y*=675.726058*x*+8.108083 | 0.999 978 |
| V | 292.402 | 1.00～5.00 | *y*=2531.178514*x*+5.171171 | 0.999 959 |

* + 1. 准确度实验

灰化条件的改变对待测元素的影响，以及前处理过程对新增加元素Cr、Pb、K和P测定的影响，设计标准样品比对、不同方法之间比对以及加标回收率实验进行考察(其中加标回收率实验不同的加标点在试样称取后加入，然后在进行前处理）。由实验结果可以看出，Ca、Fe、Na、Ni、Si、Ti、V、Zn的测定值与标准值基本一致；Al、Ba、Mg、Cr、Mn、Pb、K、P的回收率在93.3 %～108.8 %之间，除Pb（含量为0.0003%）外，其他元素测定值与X射线荧光光谱法测定值基本一致。Pb的X射线荧光光谱法测定下限为0.0005%，而Pb的ICP-AES法测定下限为0.0001%，通过Pb的回收率分别为99.2%和97.7%，可以验证该方法测定Pb的准确性。稍高含量的Pb(含量为0.0009%)，ICP-AES法和X射线荧光光谱法测定值一致。

表8准确度实验

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 标准值/% | 测定值/% | 加标量/% | 回收率/% |
| Ca | 0.024 | 0.0234 | —— | —— |
| Fe | 0.018 | 0.0179 | —— | —— |
| Na | 0.0016 | 0.0014 | —— | —— |
| Ni | 0.018 | 0.0178 | —— | —— |
| Si | 0.015 | 0.0162 | —— | —— |
| Ti | 0.0006 | 0.0006 | —— | —— |
| V | 0.017 | 0.0165 | —— | —— |
| Zn | 0.0002 | 0.0002 | —— | —— |
| Al\* | `0.0096 | 0.0108 | 0.010 | 95.0 |
| 0.0096 | 0.0108 | 0.020 | 98.2 |
| Ba\* | 0.0006 | 0.0006 | 0.0005 | 99.3 |
| 0.0006 | 0.0006 | 0.0010 | 100.9 |
| Mg\* | 0.0031 | 0.0040 | 0.0010 | 98.4 |
| 0.0031 | 0.0040 | 0.0020 | 104.7 |
| Cr\* | 0.0011 | 0.0010 | 0.0005 | 98.4 |
| 0.0011 | 0.0010 | 0.0010 | 96.3 |
| 0.0011 | 0.0010 | 0.0020 | 99.5 |
| Mn\* | 0.0006 | 0.0005 | 0.0005 | 98.0 |
| 0.0006 | 0.0005 | 0.0010 | 93.3 |
| Pb\* | 0.0006 | 0.0003 | 0.0005 | 99.2 |
| 0.0006 | 0.0003 | 0.0010 | 97.7 |
| K\* | 0.0008 | 0.0007 | 0.0005 | 108.8 |
| 0.0008 | 0.0007 | 0.0010 | 103.7 |
| P\* | 0.0006 | 0.0006 | 0.0005 | 105.1 |
| 0.0006 | 0.0006 | 0.0010 | 102.2 |
| 带\*元素的标准值为X射线荧光光谱法测定结果，标记红色元素为新增元素。 | | | | |

* + 1. 验证样品分析结果

按照该标准方法测定6个炭素标准样品结果见表9。

表9 样品分析结果

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 范围/% | 样品 | 测定值（n=11）/% | 平均值/% | SD/% | RSD/% |
| Al | 0.0015～0.010 | 9# | 0.00375、0.00373、0.00366、0.00403、0.00399、0.00419、0.00393、0.00393、0.00402、0.00435、0.00373 | 0.00394 | 0.00021 | 5.39 |
| GPW-1 | 0.00796、0.00758、0.00775、0.00836、0.00798、0.00805、0.00781、0.00780、0.00843、0.00753、0.00807 | 0.00794 | 0.00029 | 3.60 |
| GPW-3 | 0.00953、0.00984、0.00951、0.0106、0.0100、0.00973、0.00977、0.0102、0.0986、0.0100、0.0100 | 0.00991 | 0.00031 | 3.11 |
| 0.010～0.050 | 6# | 0.0431、0.0432、0.0425、0.0428、0.0427、0.0422、0.0416、0.0425、0.0412、0.0415、0.0414 | 0.0422 | 0.00071 | 1.69 |
| 0.050～0.10 | 1# | 0.0509、0.0501、0.0515、0.0526、0.0510、0.0519、0.0528、0.0511、0.0507、0.0503、0.0536 | 0.0515 | 0.0011 | 2.15 |
| GPW-2 | 0.0548、0.0528、0.0532、0.0526、0.0532、0.0546、0.0529、0.0526、0.0543、0.0548、0.0523 | 0.0535 | 0.00096 | 1.79 |
| Ba | 0.0001～0.0065 | GPW-3 | 0.00017、0.00018、0.00018、0.00015、0.00017、0.00019、0.00018、0.00017、0.00017、0.00017、0.00020 | 0.00018 | 1.29×10-5 | 7.37 |
| 9# | 0.00064、0.00064、0.00063、0.00059、0.00066、0.00057、0.00064、0.00064、0.00068、0.00063、0.00061 | 0.00063 | 3.07×10-5 | 4.87 |
| GPW-1 | 0.00059、0.00059、0.00059、0.00057、0.00063、0.00062、0.00064、0.00060、0.00062、0.00062、0.00058 | 0.00060 | 2.25×10-5 | 3.73 |
| GPW-2 | 0.00077、0.00077、0.00078、0.00075、0.00080、0.00083、0.00079、0.00077、0.00083、0.00082、0.00080 | 0.00079 | 2.68×10-5 | 3.38 |
| 6# | 0.00081、0.00077、0.00076、0.00079、0.00078、0.00077、0.00078、0.00081、0.00084、0.00077、0.00079 | 0.00079 | 2.36×10-5 | 2.99 |
| 1# | 0.00074、0.00076、0.00074、0.00067、0.00077、0.00075、0.00075、0.00077、0.00082、0.00081、0.00071 | 0.00075 | 4.18×10-5 | 5.54 |
| Ca | 0.0010～0.010 | GPW-3 | 0.00840、0.00853、0.00835、0.00842、0.00861、0.00866、0.000838、0.00845、0.00854、0.00856、  0.00847 | 0.00849 | 0.00010 | 1.17 |
| 0.010～0.050 | 9# | 0.0113、0.0116、0.0119、0.0117、0.0114、0.0115、0.0119、0.0116、0.0116、0.0116、0.0117 | 0.0116 | 0.00018 | 1.58 |
| GPW-2 | 0.0226、0.0225、0.0219、0.0228、0.0226、0.0234、0.0220、0.0228、0.0230、0.0228、0.0222 | 0.0226 | 0.00044 | 1.95 |
| GPW-1 | 0.0261、0.0258、0.0269、0.0253、0.0241、0.0263、0.0253、0.0262、0.0274、0.0253、0.0274 | 0.0260 | 0.0010 | 3.85 |
| 1# | 0.0262、0.0256、0.0260、0.0258、0.0262、0.0264、0.0269、0.0262、0.0263、0.0266、0.0266 | 0.0263 | 0.00037 | 1.42 |
| 0.050～0.10 | 6# | 0.0531、0.0542、0.0541、0.0546、0.0534、0.0538、0.0547、0.0545、0.0529、0.0538、0.0536 | 0.0539 | 0.00060 | 1.12 |
| Cr | 0.0001～0.0050 | GPW-2 | 0.00014、0.00013、0.00014、0.00011、0.00016、0.00015、0.00013、0.00013、0.00012、0.00011、0.00013 | 0.00013 | 1.54×10-5 | 11.66 |
| 9# | 0.00010、0.000089、0.00010、0.000088、0.00011、0.000096、 0.000092、0.00012、0.00011、0.000095、0.00013 | 0.00010 | 1.34×10-5 | 13.02 |
| GPW-3 | 0.00023、0.00015、0.00018、0.00018、0.00016、0.00018、0.00019、0.00017、0.00020、0.00020、0.00018 | 0.00018 | 2.16×10-5 | 11.75 |
| GPW-1 | 0.00022、0.00026、0.00023、0.00024、0.00026、0.00023、0.00026、0.00028、0.00028、0.00022、0.00021 | 0.00024 | 2.46×10-5 | 10.08 |
| 1# | 0.00053、0.00054、0.00057、0.00046、0.00056、0.00053、0.00056、0.00058、0.00047、0.00051、  0.00051 | 0.00053 | 3.91×10-5 | 7.39 |
| 6# | 0.00092、0.00093、0.00099、0.00096、0.00098、0.00085、0.00098、0.00097、0.00093、0.00092、0.00093 | 0.00094 | 4.06×10-5 | 4.32 |
| Fe | 0.0040～0.020 | GPW-2 | 0.0128、0.0126、0.0131、0.0115、0.0129、0.0130、0.0130、0.0136、0.0132、0.0127、0.0129 | 0.0128 | 0.00052 | 4.06 |
| GPW-1 | 0.0191、0.0181、0.0209、0.0191、0.0186、0.0194、0.0206、0.0206、0.0194、0.0193、0.0185 | 0.0194 | 0.00092 | 4.74 |
| 0.020～0.050 | 9# | 0.0289、0.0290、0.0273、0.0279、0.0272、0.0275、0.0284、0.0277、0.0266、0.0268、0.0273 | 0.0277 | 0.00079 | 2.86 |
| GPW-3 | 0.0430、0.0420、0.0420、0.0431、0.0432、0.0424、0.0425、0.0442、0.0430、0.0421、0.0424 | 0.0427 | 0.00066 | 1.55 |
| 0.050～0.10 | 1# | 0.0648、0.0664、0.0677、0.0659、0.0655、0.0673、0.0666、0.0658、0.0655、0.0653、0.0656 | 0.0660 | 0.00088 | 1.33 |
| 6# | 0.0719、0.0709、0.0710、0.0716、0.0738、0.0720、0.0753、0.0716、0.0707、0.0709、0.0726 | 0.0720 | 0.0014 | 1.96 |
| K | 0.0005～0.0010 | 9# | 0.00053、0.00059、0.00063、0.00054、0.00047、0.00050、0.00052、0.00053、0.00057、0.00053、0.00054 | 0.00054 | 4.32×10-5 | 7.99 |
| GPW-1 | 0.00080、0.00075、0.00072、0.00066、0.00064、0.00067、0.00061、0.00069、0.00075、0.00072、0.00078 | 0.00071 | 5.98×10-5 | 8.44 |
| 0.0010～0.010 | GPW-2 | 0.00092、0.00099、0.00090、0.0010、0.00093、0.00092、0.00122、0.00110、0.00102、0.00108、0.00107 | 0.00101 | 9.79×10-5 | 9.66 |
| GPW-3 | 0.00134、0.00146、0.00129、0.00154、0.00120、0.00135、0.00124、0.00139、0.00141、0.00147、0.00142 | 0.00137 | 0.00010 | 7.45 |
| 6# | 0.00330、0.00334、0.00317、0.00344、0.00326、0.00368、0.00335、0.00333、0.00332、0.00330、0.00376 | 0.00339 | 0.00018 | 5.26 |
| 1# | 0.00637、0.00641、0.00635、0.00678、0.00622、0.00640、0.00623、0.00623、0.00661、0.00629、0.00631 | 0.00638 | 0.00017 | 2.71 |
| Mg | 0.0005～0.0050 | GPW-1 | 0.00160、0.00124、0.00125、0.00125、0.00112、0.00120、0.00119、0.00115、0.00119、0.00148、0.00157 | 0.00129 | 0.00017 | 13.22 |
| GPW-3 | 0.00145、0.00137、0.00137、0.00130、0.00127、0.00140、0.00133、0.00131、0.00142、0.00154、0.00143 | 0.00138 | 7.81×10-5 | 5.66 |
| 9# | 0.00154、0.00155、0.00155、0.00174、0.00148、0.00156、0.00150、0.00152、0.00152、0.00150、0.00133 | 0.00153 | 9.50×10-5 | 6.22 |
| GPW-2 | 0.00247、0.00241、0.00244、0.00236、0.00237、0.00241、0.00236、0.00257、0.0251、0.00242、0.00240 | 0.00243 | 6.55×10-5 | 2.70 |
| 1# | 0.00384、0.00383、0.00388、0.00374、0.00400、0.00383、0.00384、0.00386、0.00396、0.00409、0.00372 | 0.00387 | 0.00011 | 2.81 |
| 6# | 0.00461、0.00431、0.00444、0.00451、0.00442、0.00422、0.00440、0.00429、0.00423、0.00422、0.00441 | 0.00437 | 0.00013 | 2.91 |
| Mn | 0.0001～0.0010 | GPW-2 | 0.00025、0.00025、0.00025、0.00025、0.00027、0.00028、0.00025、0.00025、0.00031、0.00021、0.00023 | 0.00025 | 2.58×10-5 | 10.15 |
| GPW-3 | 0.00027、0.00031、0.00036、0.00035、0.00028、0.00031、0.00030、0.00028、0.00030、0.00030、0.00036 | 0.00031 | 3.21×10-5 | 10.32 |
| 9# | 0.00028、0.00026、0.00026、0.00021、0.00026、0.00026、0.00026、0.00032、0.00024、0.00029、0.00027 | 0.00026 | 2.77×10-5 | 10.47 |
| GPW-1 | 0.00049、0.00046、0.00047、0.00054、0.00049、0.00054、0.00048、0.00065、0.00059、0.00049、0.00050 | 0.00052 | 5.78×10-5 | 11.15 |
| 0.0010～0.0050 | 1# | 0.00152、0.00151、0.00154、0.00151、0.00159、0.00153、0.000156、0.00154、0.00159、0.00147、0.00152 | 0.00153 | 3.56×10-5 | 2.32 |
| 6# | 0.00188、0.00204、0.00189、0.00196、0.000187、0.00188、0.00187、0.00191、0.00199、0.00192、0.00173 | 0.00190 | 7.95×10-5 | 4.18 |
| Na | 0.0010～0.0050 | GPW-1 | 0.00098、0.00102、0.00128、0.00099、0.00099、0.00103、0.00139、0.00135、0.00132、0.00133、0.00146 | 0.00119 | 0.00019 | 15.92 |
| GPW-3 | 0.00157、0.00241、0.00206、0.00164、0.00155、0.00182、0.00181、0.00190、0.00171、0.00202、0.00180 | 0.00184 | 0.00025 | 13.56 |
| 9# | 0.00420、0.00423、0.00419、0.00465、0.00423、0.00419、0.00456、0.00462、0.00420、0.00440、0.00439 | 0.00435 | 0.00018 | 4.21 |
| 0.0050～0.010 | GPW-2 | 0.00595、0.00587、0.00589、0.00566、0.00581、0.00589、0.00533、0.00552、0.00609、0.00602、0.00611 | 0.00583 | 0.00024 | 4.13 |
| 0.010～0.050 | 6# | 0.0210、0.0219、0.0205、0.0222、0.0217、0.0217、0.0210、0.0212、0.0213、0.0214、0.0218 | 0.0214 | 0.00049 | 2.29 |
| 1# | 0.0442、0.0440、0.0442、0.0438、0.0445、0.0444、0.0438、0.0435、0.0432、0.0439、0.0445 | 0.0440 | 0.00041 | 0.94 |
| Ni | 0.0003～0.050 | GPW-1 | 0.0181、0.0189、0.0189、0.0187、0.0188、0.0186、0.0185、0.0186、0.0184、0.0181、0.0184 | 0.0185 | 0.00028 | 1.50 |
| GPW-2 | 0.0189、0.0198、0.0195、0.0193、0.0194、0.0196、0.0198、0.0191、0.0190、0.0189、0.0191 | 0.0193 | 0.00034 | 1.74 |
| GPW-3 | 0.0197、0.0199、0.0201、0.0195、0.0201、0.0201、0.0195、0.0196、0.0198、0.0197、0.0195 | 0.0198 | 0.00025 | 1.24 |
| 1# | 0.0194、0.0197、0.0200、0.0198、0.0199、0.0195、0.0202、0.0200、0.0200、0.0196、0.0198 | 0.0198 | 0.00024 | 1.23 |
| 6# | 0.0208、0.0206、0.0210、0.0210、0.0210、0.0203、0.0205、0.0210、0.0209、0.0208、0.0206 | 0.0208 | 0.00024 | 1.16 |
| 9# | 0.0267、0.0269、0.0268、0.0267、0.0266、0.0263、0.0271、0.0270、0.0267、0.0264、0.0264 | 0.0267 | 0.00026 | 0.97 |
| P | 0.0002～0.0010 | GPW-3 | 0.00033、0.00031、0.00032、0.00025、0.00031、0.00035、0.00029、0.00030、0.00032、0.00025、0.00034 | 0.00031 | 3.26×10-5 | 10.65 |
| GPW-2 | 0.00040、0.00040、0.00040、0.00045、0.00046、0.00044、0.00037、0.00035、0.00035、0.00046、0.00046 | 0.00041 | 4.36×10-5 | 10.57 |
| GPW-1 | 0.00053、0.00052、0.00051、0.00054、0.00057、0.00047、0.00046、0.00050、0.00055、0.00056、0.00048 | 0.00052 | 3.69×10-5 | 7.13 |
| 9# | 0.00051、0.00049、0.00052、0.00042、0.00054、0.00048、0.00045、0.00045、0.00043、0.00042、0.00047 | 0.00047 | 4.11×10-5 | 8.73 |
| 0.0010～0.0050 | 6# | 0.00092、0.00098.00088、0.00105、0.00094、0.00091、0.00086、0.00090、0.00106、0.00100、0.00101 | 0.00096 | 6.85×10-5 | 7.17 |
| 1# | 0.00100、0.00108、0.00102、0.00114、0.00097、0.00099、0.00102、0.00113、0.00105、0.00110、0.00108 | 0.00105 | 5.75×10-5 | 5.46 |
| Pb | 0.0001～0.0050 | 6# | 0.00032、0.00029、0.00031、0.00043、0.00029、0.00037、0.00031、0.00031、0.00033、0.00043、0.00030 | 0.00034 | 5.16×10-5 | 15.40 |
| 1# | 0.00091、0.00092、0.00093、0.00103、0.00093、0.00096、0.00092、0.00093、0.00093、0.00094、0.00093 | 0.00094 | 3.27×10-5 | 3.48 |
| Si | 9# | 0.00729、0.00768、0.00706、0.00715、0.00653、0.00723、0.00714、0.00784、0.00796、0.00751、0.00702 | 0.00731 | 0.00041 | 5.63 |
| 0.0060～0.10 | GPW-2 | 0.0130、0.0133、0.0132、0.0133、0.0134、0.0133、0.0131、0.0124、0.0136、0.0135、0.0133 | 0.0132 | 0.00032 | 2.41 |
| GPW-1 | 0.0166、0.0159、0.0166、0.0162、0.0156、0.0163、0.0158、0.0168、0.0163、0.0157、0.0158 | 0.0161 | 0.00041 | 2.56 |
| GPW-3 | 0.0183、0.0184、0.0196、0.0197、0.0192、0.0190、0.0191、0.0201、0.0196、0.0208、0.0197 | 0.0194 | 0.00072 | 3.72 |
| 1# | 0.0263、0.0267、0.0262、0.0269、0.0253、0.0268、0.0278、0.0269、0.0267、0.0257、0.0262 | 0.0265 | 0.00067 | 2.53 |
| 6# | 0.0356、0.0360、0.0373、0.0369、0.0358、0.0348、0.0373、0.0372、0.0367、0.0355、0.0360 | 0.0363 | 0.00084 | 2.33 |
| Ti | 0.0001～0.0005 | 9# | 0.00028、0.00027、0.00022、0.00023、0.00024、0.00023、0.00023、0.00027、0.00029、0.00028、0.00022 | 0.00025 | 2.46×10-5 | 9.82 |
| 0.0005～0.0010 | GPW-1 | 0.00060、0.00057、0.00060、0.00060、0.00068、0.00060、0.00061、0.00069、0.00061、0.00062、0.00060 | 0.00062 | 3.61×10-5 | 5.86 |
| 1# | 0.00070、0.00074、0.00070、0.00060、0.00070、0.00065、0.00065、0.00066、0.00066、0.00073、0.00063 | 0.00067 | 4.30×10-5 | 6.37 |
| GPW-3 | 0.00087、0.00082、0.00077、0.00077、0.00075、0.00079、0.00077、0.00084、0.00084、0.00089、0.00081 | 0.00081 | 4.55×10-5 | 5.61 |
| 6# | 0.00093、0.00094、0.00093、0.00097、0.00086、0.00091、0.00093、0.00098、0.00101、0.00092、0.00090 | 0.00093 | 4.08×10-5 | 4.37 |
| 0.0010～0.0050 | GPW-2 | 0.00106、0.00107、0.00106、0.00094、0.00107、0.00111、0.0010、0.00134、0.00112、0.00101、0.00096 | 0.00107 | 0.0001 | 10.03 |
| V | 0.0002～0.050 | GPW-2 | 0.0130、0.0133、0.0136、0.0130、0.0124、0.0133、0.0131、0.0132、0.0132、0.0131、0.0132 | 0.0131 | 0.00029 | 2.24 |
| 9# | 0.0141、0.0142、0.0147、0.0147、0.0141、0.0144、0.0146、0.0142、0.0144、0.0141、0.0141 | 0.0143 | 0.00025 | 1.71 |
| GPW-1 | 0.0165、0.0178、0.0184、0.0179、0.0184、0.0182、0.0180、0.0183、0.0183、0.0181、0.0179 | 0.0180 | 0.00053 | 2.94 |
| 6# | 0.0221、0.0221、0.0223、0.0229、0.0219、0.0219、0.0227、0.0219、0.0219、0.0221、0.0218 | 0.0221 | 0.00036 | 1.61 |
| 0.050～0.10 | 1# | 0.0526、0.0522、0.0515、0.0506、0.0508、0.0511、0.0517、0.0540、0.0542、0.0524、0.0519 | 0.0521 | 0.0012 | 2.26 |
| GPW-3 | 0.0587、0.0588、0.0578、0.0586、0.0594、0.0591、0.0600、0.0601、0.0593、0.0583、0.0588 | 0.0590 | 0.00069 | 1.17 |
| Zn | 0.0001～0.0010 | GPW-1 | 0.00033、0.00031、0.00032、0.00026、0.00026、0.00025、0.00027、0.00032、0.00029、0.00023、0.00027 | 0.00028 | 3.32×10-5 | 11.74 |
| GPW-2 | 0.00041、0.00040、0.00040、0.00032、0.00042、 0.00045、0.00039、0.00040、0.00043、0.00036、0.00040 | 0.00040 | 3.46×10-5 | 8.69 |
| GPW-3 | 0.00042、0.00043、0.00043、0.00037、0.00037、0.00037、0.00038、0.00042、0.00044、0.00043、0.00040 | 0.00041 | 2.81×10-5 | 6.92 |
| 9# | 0.00062、0.00061、0.00058、0.00050、0.00052、0.00062、0.00058、0.00055、0.00052、0.00051、0.00059 | 0.00056 | 4.54×10-5 | 8.06 |
| 0.0010～0.0020 | 6# | 0.00109、0.00109、0.00109、0.00105、0.00102、0.00108、0.00109、0.00112、0.00114、0.00101、0.00100 | 0.00107 | 4.53×10-5 | 4.23 |
| 1# | 0.00195、0.00196、0.00194、0.00192、0.00212、0.00192、0.00194、0.00192、0.00206、0.00192、0.00193 | 0.00196 | 6.62×10-5 | 3.37 |

* + 1. 结论

1. 试验结果表明：采用本方法对铝用炭素材料中的16种元素进行测定，方法相对标准偏差在0.94%～20.52%之间，回收率在93.3 %～108.8 %之间，与X射线荧光光谱法测定结果进行了比对，两种方法分析结果吻合较好。
2. 建议推荐本方法为对炭素材料中Al、Ba、Ca、Cr、Fe、K、Mg、Mn、Na、Ni、P、Pb、Si、Ti、V和Zn含量测定的有色行业标准分析方法。
   * 1. 验证样品结果

山东南山铝业股份有限公司对实验条件及实验结果的精密度和准确性进行了复验。试验结果表明：采用本方法对铝用炭素材料中的16种元素进行测定，方法相对标准偏差在1.30%～17.67%之间，与X射线荧光光谱法测定结果进行了比对，两种方法分析结果吻合较好。数据见表10。

表10验证样品分析结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 范围/% | 样品 | 测定值（n=11）/% | 平均值/% | SD/% | RSD/% | 检测值/%（X-射线荧光法） |
| Al | 0.0015～0.010 | 9# | 0.00347、0.00377、0.00400、0.00367、0.00369、0.00395、0.00410、0.00412、0.00408、0.00403、0.00373 | 0.00387 | 0.00022 | 5.60 | 0.0036 |
| GPW-1 | 0.00809、0.00747、0.00775、0.00775、0.00764、0.00772、0.00762、0.00812、0.00763、0.00818、0.00779 | 0.00780 | 0.00023 | 2.99 | 0.0080 |
| GPW-3 | 0.00972、0.00939、0.00974、0.00975、0.00970、0.00958、0.0102、0.0103、0.00980、0.00939、0.00970 | 0.00975 | 0.00028 | 2.90 | 0.0090 |
| 0.010～0.050 | 6# | 0.0426、0.0405、0.0420、0.0423、0.0418、0.0413、0.0427、0.0408、0.0412、0.0420、0.0423 | 0.0418 | 0.00073 | 1.75 | 0.0399 |
| 0.050～0.10 | 1# | 0.0505、0.0494、0.0513、0.0516、0.0511、0.0504、0.0532、0.0536、0.0505、0.0518、0.0515 | 0.0514 | 0.0012 | 2.38 | 0.0497 |
| GPW-2 | 0.0533、0.0517、0.0537、0.0540、0.0528、0.0535、  0.0535、0.0538、0.0540、0.0542、0.0523 | 0.0533 | 0.00078 | 1.46 | 0.0561 |
|  | 8# | 0.0781、0.0777、0.0806、0.0811、0.0803、0.0793、0.0808、0.0790、0.0789、0.0804、0.0798 | 0.0796 | 0.0011 | 1.41 | 0.0752 |
| Ba | 0.0001～0.0050 | GPW-3 | 0.00013、0.00015、0.00016、0.00014、0.00016、0.00018、0.00018、0.00018、0.00014、0.00018、0.00016、0.00018 | 0.00016 | 1.84×10-5 | 11.52 | 0.0002 |
| 9# | 0.00065、0.00065、0.00066、0.00065、0.00056、0.00067、0.00070、0.00068、0.00070、0.00058、0.00068 | 0.00065 | 4.50×10-5 | 6.89 | 0.0008 |
| GPW-1 | 0.00049、0.00049、0.00058、0.00058、0.00061、0.00061、0.00059、0.00059、0.00061、0.00061、0.00063 | 0.00058 | 4.74×10-5 | 8.16 | 0.0006 |
| GPW-2 | 0.00069、0.00072、0.00082、0.00083、0.00082、0.00082、0.00084、0.00081、0.00078、0.00082、0.00074 | 0.00079 | 5.06×10-5 | 6.40 | 0.0009 |
| 6# | 0.00067、0.00074、0.00080、0.00084、0.00084、0.00072、0.00081、0.00079、0.00079、0.00081、0.00068 | 0.00078 | 5.33×10-5 | 6.86 | 0.0011 |
| 1# | 0.00068、0.00073、0.00081、0.00084、0.00081、0.00078、0.00082、0.00069、0.00083、0.00074、0.00082 | 0.00078 | 5.76×10-5 | 7.42 | 0.0005 |
|  | 8# | 0.00025、0.00030、0.00031、0.00030、0.00027、0.00022、0.00028、0.00028、0.00028、0.00026、0.00024 | 0.00027 | 2.75×10-5 | 10.12 | 0.0004 |
| Ca | 0.0010～0.010 | GPW-3 | 0.00890、0.00950、0.00958、0.00952、0.00933、0.00908、0.00884、0.00933、0.00905、0.00880、0.00924 | 0.00920 | 0.00028 | 3.05 | 0.0076 |
| 0.010～0.050 | 9# | 0.0128、0.0117、0.0126、0.0128、0.0124、0.0124、0.0122、0.0122、0.0118、0.0120、0.0118 | 0.0122 | 0.00039 | 3.21 | 0.0110 |
| GPW-2 | 0.0247、0.0227、0.0249、0.0249、0.0244、0.0237、0.0228、0.0244、0.0229、0.0244、0.0228 | 0.0239 | 0.00091 | 3.81 | 0.0244 |
| GPW-1 | 0.0259、0.0282、0.0282、0.0277、0.0269、0.0256、0.0276、0.0265、0.0258、0.0259、0.0277 | 0.0269 | 0.0010 | 3.75 | 0.0243 |
| 1# | 0.0298、0.0262、0.0276、0.0295、0.0276、0.0277、0.0283、0.0283、0.0268、0.0266、0.0282 | 0.0279 | 0.0011 | 4.02 | 0.0270 |
| 0.050～0.10 | 6# | 0.0549、0.0586、0.0575、0.0583、0.0552、0.0580、0.0566、0.0572、0.0568、0.0570、0.0575 | 0.0571 | 0.0012 | 2.04 | 0.0569 |
|  | 8# | 0.00857、0.00793、0.00754、0.00847、0.00794、0.00838、0.00839、0.00823、0.00798、0.00857、0.00794 | 0.00818 | 0.00033 | 4.06 | 0.0062 |
| Cr | 0.0001～0.0050 | GPW-2 | 0.00020、0.00021、0.00019、0.00020、0.00019、0.00020、0.00018、0.00020、0.00018、0.00020、0.00020 | 0.0002 | 9.34×10-6 | 4.79 | 0.0002 |
| 9# | 0.00014、0.00013、0.00013、0.00013、0.00017、0.00013、0.00014、0.00014、0.00013、0.00016、0.00016 | 0.00014 | 1.47×10-5 | 10.37 | 0.0002 |
| GPW-3 | 0.00024、0.00023、0.00022、0.00022、0.00030、0.00022、0.00029、0.00024、0.00023、0.00022、0.00024 | 0.00024 | 2.81×10-5 | 11.66 | 0.0003 |
| GPW-1 | 0.00024、0.00029、0.00024、0.00023、0.00031、0.00027、0.00027、0.00027、0.00026、0.00026、0.00028 | 0.00027 | 2.34×10-5 | 8.81 | 0.0005 |
| 1# | 0.00057、0.00049、0.00055、0.00054、0.00055、0.00065、0.00064、0.00074、0.00064、0.00059、0.00065 | 0.00060 | 7.03×10-5 | 11.71 | 0.0008 |
| 6# | 0.00083、0.00091、0.00093、0.00084、0.00114、0.00112、0.00113、0.00107、0.00110、0.00112、0.00091 | 0.00101 | 0.00012 | 12.33 | 0.0008 |
| 8# | 0.00454、0.00493、0.00483、0.00493、0.00528、0.00523、0.00520、0.00512、0.00536、0.00524、0.00514 | 0.00507 | 0.00024 | 4.77 | 0.0050 |
| Fe | 0.0040～0.020 | GPW-2 | 0.0141、0.0138、0.0130、0.0134、0.0137、0.0146、0.0142、0.0141、0.0139、0.0135、0.0146 | 0.0139 | 0.00049 | 3.54 | 0.0168 |
| GPW-1 | 0.0199、0.0210、0.0208、0.0205、0.0194、0.0194、0.0184、0.0194、0.0199、0.0193、0.0205 | 0.0199 | 0.00078 | 3.93 | 0.0186 |
| 0.020～0.050 | 9# | 0.0294、0.0287、0.0272、0.0279、0.0286、0.0294、0.0284、0.0286、0.0279、0.0272、0.0287 | 0.0284 | 0.00075 | 2.64 | 0.0299 |
| GPW-3 | 0.0443、0.0464、0.0461、0.0454、0.0441、0.0443、0.0432、0.0446、0.0453、0.0438、0.0455 | 0.0448 | 0.00100 | 2.22 | 0.0459 |
| 0.050～0.10 | 1# | 0.0699、0.0663、0.0681、0.0697、0.0668、0.0696、0.0683、0.0672、0.0680、0.0668、0.0666 | 0.0679 | 0.00132 | 1.95 | 0.0661 |
| 6# | 0.0753、0.0714、0.0734、0.0751、0.0738、0.0742、0.0753、0.0726、0.0733、0.0742、0.0726 | 0.0737 | 0.0012 | 1.69 | 0.0703 |
|  | 8# | 0.0172、0.0168、0.0159、0.0163、0.0167、0.0176、0.0171、0.0170、0.0168、0.0162、0.0176 | 0.0168 | 0.00055 | 3.25 | 0.0158 |
| K | 0.0005～0.0010 | 9# | 0.00059、0.00072、0.00049、0.00052、0.00061、0.00071、0.00070、0.00077、0.00068、0.00064、0.00058 | 0.00064 | 8.79×10-5 | 13.79 | 0.0007 |
| GPW-1 | 0.00084、0.00074、0.00074、0.00083、0.00086、0.00064、0.00081、0.00088、0.00091、0.00074、0.00084 | 0.00080 | 7.91×10-5 | 9.86 | 0.0007 |
| 0.0010～0.010 | GPW-2 | 0.00143、0.00104、0.00102、0.00108、0.00112、0.00110、0.00102、0.00123、0.00100、0.00112、0.00114 | 0.00112 | 0.00011 | 8.33 | 0.0009 |
| GPW-3 | 0.00118、0.00123、0.00144、0.00139、0.00142、0.00149、0.00142、0.00122、0.00142、0.00131、0.00151 | 0.00137 | 0.00011 | 8.29 | 0.0011 |
| 6# | 0.00294、0.00286、0.00301、0.00298、0.00339、0.00342、0.00294、0.00309、0.00333、0.00312、0.00334 | 0.00313 | 0.00020 | 6.55 | 0.0035 |
| 1# | 0.00636、0.00562、0.00528、0.00530、0.00557、0.00636、0.00574、0.00663、0.00564、0.00559、0.00579 | 0.00581 | 0.00045 | 7.69 | 0.0061 |
|  | 8# | 0.00353、0.00346、0.00362、0.00303、0.00348、0.00352、0.00299、0.00318、0.00334、0.00353、0.00328 | 0.00336 | 0.00021 | 6.39 | 0.0045 |
| Mg | 0.0005～0.0050 | GPW-1 | 0.00104、0.00089、0.00093、0.00083、0.00126、0.00120、0.00118、0.00116、0.00111、0.00112、0.00110 | 0.00107 | 0.00014 | 12.78 | 0.0010 |
| GPW-3 | 0.00129、0.00138、0.00133、0.00140、0.00146、0.00137、0.00139、0.00133、0.00141、0.00150、0.00153 | 0.00140 | 7.34×10-5 | 5.25 | 0.0014 |
| 9# | 0.00133、0.00139、0.00126、0.00152、0.00138、0.00136、0.00126、0.00135、0.00148、0.00147、0.00144 | 0.00139 | 8.58×10-5 | 6.20 | 0.0012 |
| GPW-2 | 0.00231、0.00214、0.00243、0.00218、0.00268、0.00252、0.00245、0.00248、0.00233、0.00240、0.00250 | 0.00240 | 0.00016 | 6.47 | 0.0021 |
| 1# | 0.00344、0.00329、0.00354、0.00333、0.00447、0.00383、0.00417、0.00406、0.00400、0.00384、0.00384 | 0.00380 | 0.00037 | 9.78 | 0.0030 |
| 6# | 0.00433、0.00458、0.00452、0.00439、0.00452、0.00434、0.00442、0.00448、0.00459、0.00446、0.00426 | 0.00444 | 0.00011 | 2.40 | 0.0044 |
| 8# | 0.00084、0.00081、0.00094、0.00092、0.00088、0.00096、0.00094、0.00093、0.00102、0.00093、0.00086 | 0.00091 | 5.96×10-5 | 6.54 | 0.0005 |
| Mn | 0.0001～0.0010 | GPW-2 | 0.00024、0.00028、0.00034、0.00018、0.00026、0.00031、0.00030、0.00026、0.00029、0.00030、0.00034 | 0.00028 | 4.62×10-5 | 16.40 | 0.0005 |
| GPW-3 | 0.00024、0.00032、0.00030、0.00030、0.00030、0.00029、0.00033、0.00032、0.00026、0.00024、0.00034 | 0.00029 | 3.45×10-5 | 11.70 | 0.0003 |
| 9# | 0.00024、0.00021、0.00031、0.00022、0.00030、0.00030、0.00030、0.00019、0.00029、0.00033、0.00031 | 0.00027 | 4.82×10-5 | 17.67 | 0.0004 |
| GPW-1 | 0.00040、0.00039、0.00036、0.00041、0.00053、0.00050、0.00050、0.00046、0.00050、0.00049、0.00043 | 0.00045 | 5.64×10-5 | 12.47 | 0.0004 |
| 0.0010～0.0050 | 1# | 0.00144、0.00152、0.00149、0.00144、0.00175、0.00160、0.00172、0.00159、0.00149、0.00155、0.00164 | 0.00157 | 0.00011 | 6.71 | 0.0012 |
| 6# | 0.00168、0.00182、0.00147、0.00169、0.00186、0.00188、0.00190、0.00186、0.00177、0.00192、0.00184 | 0.00181 | 8.29×10-5 | 4.57 | 0.0017 |
|  | 8# | 0.00494、0.00488、0.00492、0.00449、0.00508、0.00509、0.00499、0.00502、0.00489、0.00494、0.00489 | 0.00492 | 0.00016 | 3.27 | 0.0041 |
| Na | 0.0010～0.0050 | GPW-1 | 0.00087、0.00101、0.00127、0.00133、0.00084、0.00109、0.00133、0.00118、0.00136、0.00142、0.00134 | 0.00119 | 0.00020 | 17.23 | 0.0014 |
| GPW-3 | 0.00149、0.00144、0.00162、0.00173、0.00188、0.00158、0.00142、0.00157、0.00172、0.00181、0.00182 | 0.00164 | 0.00016 | 9.68 | 0.0019 |
| 9# | 0.00403、0.00424、0.00347、0.00434、0.00446、0.00458、0.00422、0.00438、0.00438、0.00400、0.00464 | 0.00427 | 0.00027 | 6.25 | 0.0055 |
| 0.0050～0.010 | GPW-2 | 0.00553、0.00542、0.00562、0.00624、0.00641、0.00524、0.00548、0.00582、0.00633、0.00609、0.00554 | 0.00579 | 0.00041 | 7.04 | 0.0066 |
| 0.010～0.050 | 6# | 0.0205、0.0204、0.0205、0.0206、0.0225、0.0204、0.0219、0.0210、0.0202、0.0200、0.0205 | 0.0208 | 0.00076 | 3.65 | 0.0215 |
| 1# | 0.0425、0.0429、0.0425、0.0429、0.0418、0.0426、0.0432、0.0440、0.0425、0.0416、0.0433 | 0.0427 | 0.00067 | 1.58 | 0.0448 |
|  | 8# | 0.0341、0.0346、0.0372、0.0371、0.0362、0.0360、0.0345、0.0350、0.0362、0.0355、0.0358 | 0.0357 | 0.0010 | 2.88 | 0.0344 |
| Ni | 0.0003～0.050 | GPW-1 | 0.0195、0.0182、0.0180、0.0187、0.0194、0.0190、0.0190、0.0186、0.0185、0.0188、0.0184 | 0.0187 | 0.00047 | 2.50 | 0.0184 |
| GPW-2 | 0.0204、0.0201、0.0200、0.0196、0.0203、0.0201、0.0195、0.0195、0.0198、0.0200、0.0196 | 0.0199 | 0.00032 | 1.60 | 0.0182 |
| GPW-3 | 0.0215、0.0209、0.0206、0.0206、0.0201、0.0215、0.0209、0.0208、0.0209、0.0201、0.0212 | 0.0208 | 0.00047 | 2.26 | 0.0192 |
| 1# | 0.0217、0.0211、0.0208、0.0208、0.0207、0.0203、0.0217、0.0216、0.0217、0.0209、0.0208 | 0.0211 | 0.00049 | 2.34 | 0.0197 |
| 6# | 0.0228、0.0224、0.0223、0.0219、0.0223、0.0223、0.0218、0.0226、0.0224、0.0218、0.0225 | 0.0223 | 0.00033 | 1.46 | 0.0209 |
| 9# | 0.0289、0.0286、0.0277、0.0277、0.0290、0.0301、0.0289、0.0277、0.0277、0.0286、0.0289 | 0.0285 | 0.00077 | 2.68 | 0.0272 |
| 8# | 0.00792、0.00770、0.00758、0.00756、0.00740、0.00764、0.00753、0.00729、0.00722、0.00808、0.00783 | 0.00761 | 0.00026 | 3.43 | 0.0070 |
| P | 0.0002～0.0010 | GPW-3 | 0.00033、0.00036、0.00029、0.00031、0.00030、0.00034、0.00039、0.00038、0.00041、0.00040、0.00028 | 0.00034 | 4.63×10-5 | 13.45 | 0.0004 |
| GPW-2 | 0.00038、0.00048、0.00038、0.00044、0.00039、0.00044、0.00046、0.00044、0.00048、0.00049、0.00050 | 0.00044 | 4.39×10-5 | 9.89 | 0.0006 |
| GPW-1 | 0.00058、0.00064、0.00055、0.00054、0.00062、0.00060、0.00064、0.00051、0.00054、0.00049、0.00056 | 0.00057 | 5.06×10-5 | 8.88 | 0.0006 |
| 9# | 0.00067、0.00059、0.00064、0.00062、0.00057、0.00072、0.00064、0.00054、0.00053、0.00054、0.00054 | 0.00060 | 6.29×10-5 | 10.49 | 0.0007 |
| 0.0010～0.0050 | 6# | 0.00113、0.00124、0.00106、0.00096、0.00102、0.00098、0.00104、0.00118、0.00107、0.00106、0.00114 | 0.00108 | 8.50×10-5 | 7.87 | 0.0009 |
| 1# | 0.00133、0.00139、0.00132、0.00144、0.00119、0.00124、0.00121、0.00133、0.00124、0.00134、0.00126 | 0.00130 | 7.78×10-5 | 5.99 | 0.0010 |
|  | 8# | 0.00189、0.00192、0.00199、0.00196、0.00183、0.00169、0.00178、0.00181、0.00174、0.00196、0.00184 | 0.00186 | 9.73×10-5 | 5.24 | 0.0017 |
| Pb | 0.0001～0.0050 | 6# | 0.00038、0.00029、0.00032、0.00030、0.00029、0.00036、0.00034、0.00028、0.00040、0.00033、0.00031 | 0.00033 | 3.93×10-5 | 12.00 | 0.0004 |
| 1# | 0.00089、0.00082、0.00094、0.00088、0.00086、0.00093、0.00091、0.00086、0.00088、0.00084、0.00087 | 0.00088 | 3.63×10-5 | 4.13 | 0.0012 |
|  | 8# | 0.00284、0.00326、0.00291、0.00290、0.00304、0.00318、0.00284、0.00244、0.00262、0.00294、0.00276 | 0.00288 | 0.00023 | 8.08 | 0.0023 |
| Si | 0.0060～0.010 | 9# | 0.00838、0.00796、0.00794、0.00776、0.00782、0.00780、0.00764、0.00761、0.00783、0.00778、0.00774 | 0.00784 | 0.00021 | 2.65 | 0.0070 |
| 0.010～0.10 | GPW-2 | 0.0140、0.0140、0.0140、0.0138、0.0137、0.0138、0.0137、0.0134、0.0133、0.0135、0.0133 | 0.0137 | 0.00027 | 1.98 | 0.0128 |
| GPW-1 | 0.0170、0.0170、0.0168、0.0166、0.0168、0.0166、0.0167、0.0162、0.0166、0.0159、0.0158 | 0.0165 | 0.00041 | 2.47 | 0.0158 |
| GPW-3 | 0.0210、0.0217、0.0212、0.0208、0.0212、0.0207、0.0213、0.0206、0.0207、0.0200、0.0202 | 0.0209 | 0.00049 | 2.37 | 0.0227 |
| 1# | 0.0293、0.0292、0.0287、0.0285、0.0284、0.0285、0.0283、0.0286、0.0281、0.0279、0.0274 | 0.0284 | 0.00054 | 1.90 | 0.0265 |
| 6# | 0.0394、0.0394、0.0395、0.0385、0.0397、0.0396、0.0393、0.0382、0.0388、0.0386、0.0388 | 0.0391 | 0.00051 | 1.30 | 0.0384 |
| 8# | 0.0973、0.0972、0.0975、0.0950、0.1000、0.0998、0.0990、0.0990、0.0964、0.0977、0.0982 | 0.0979 | 0.0016 | 1.60 | 0.0938 |
| Ti | 0.0001～0.0005 | 9# | 0.00027、0.00035、0.00027、0.00031、0.00028、0.00025、0.00028、0.00028、0.00025、0.00030、0.00032 | 0.00029 | 3.04×10-5 | 10.57 | 0.0004 |
| 0.0001～0.0010 | GPW-1 | 0.00047、0.00062、0.00062、0.00060、0.00047、0.00050、0.00054、0.00059、0.00056、0.00058、0.00061 | 0.00056 | 5.73×10-5 | 10.23 | 0.0005 |
| 1# | 0.00076、0.00075、0.00064、0.00063、0.00064、0.00064、0.00062、0.00063、0.00066、0.00064、0.00062 | 0.00066 | 4.96×10-5 | 7.55 | 0.0004 |
| GPW-3 | 0.00095、0.00095、0.00090、0.00089、0.00086、0.00084、0.00091、0.00089、0.00086、0.00084、0.00094 | 0.00090 | 4.18×10-5 | 4.67 | 0.0008 |
| 6# | 0.00094、0.00103、0.00100、0.00089、0.00086、0.00084、0.00091、0.00086、0.00084、0.00094、0.00092 | 0.00091 | 6.32×10-5 | 6.95 | 0.0010 |
| 0.0010～0.0050 | GPW-2 | 0.00121、0.00121、0.00114、0.00106、0.00094、0.00092、0.00108、0.00114、0.00088、0.00092、0.00111 | 0.00106 | 0.00012 | 11.47 | 0.0009 |
|  | 8# | 0.00337、0.00337、0.00256、0.00255、0.00295、0.00296、0.00257、0.00256、0.00264、0.00259、0.00260 | 0.00279 | 0.00032 | 11.53 | 0.0029 |
| V | 0.0002～0.050 | GPW-2 | 0.0142、0.0142、0.0141、0.0140、0.0142、0.0156、0.0155、0.0153、0.0150、0.0158、0.0156 | 0.0149 | 0.00072 | 4.86 | 0.0164 |
| 9# | 0.0139、0.0140、0.0138、0.0135、0.0142、0.0138、0.0144、0.0135、0.0140、0.0135、0.0138 | 0.0139 | 0.00029 | 2.10 | 0.0136 |
| GPW-1 | 0.0185、0.0184、0.0215、0.0214、0.0211、0.0207、0.0218、0.0216、0.0212、0.0207、0.0190 | 0.0205 | 0.0013 | 6.21 | 0.0182 |
| 6# | 0.0214、0.0214、0.0213、0.0215、0.0214、0.0214、0.0220、0.0223、0.0230、0.0221、0.0218 | 0.0218 | 0.00053 | 2.43 | 0.0214 |
| 0.050～0.10 | 1# | 0.0501、0.0500、0.0503、0.0528、0.0532、0.0513、0.0544、0.0525、0.0515、0.0535、0.0525 | 0.0520 | 0.0015 | 2.84 | 0.0512 |
| GPW-3 | 0.0611、0.0618、0.0582、0.0610、0.0613、0.0578、0.0588、0.0605、0.0593、0.0608、0.0598 | 0.0600 | 0.0013 | 2.24 | 0.0593 |
|  | 8# | 0.00484、0.00487、0.00492、0.00484、0.00522、0.00537、0.00466、0.00552、0.00484、0.00494、0.00504 | 0.00501 | 0.00026 | 5.20 | 0.0056 |
| Zn | 0.0001～0.0010 | GPW-1 | 0.00026、0.00030、0.00026、0.00029、0.00028、0.00028、0.00023、0.00029、0.00024、0.00031、0.00028 | 0.00027 | 2.46×10-5 | 8.98 | 0.0003 |
| GPW-2 | 0.00036、0.00038、0.00039、0.00036、0.00032、0.00037、0.00034、0.00037、0.00034、0.00037、0.00040 | 0.00036 | 2.34×10-5 | 6.42 | 0.0003 |
| GPW-3 | 0.00040、0.00041、0.00038、0.00042、0.00034、0.00039、0.00038、0.00041、0.00044、0.00040、0.00042 | 0.00040 | 2.66×10-5 | 6.67 | 0.0003 |
| 9# | 0.00064、0.00060、0.00059、0.00062、0.00055、0.00064、0.00052、0.00054、0.00061、0.00060、0.00057 | 0.00059 | 3.99×10-5 | 6.77 | 0.0007 |
| 0.0010～0.0020 | 6# | 0.00138、0.00118、0.00133、0.00124、0.00139、0.00122、0.00121、0.00114、0.00124、0.00120、0.00122 | 0.00125 | 8.12×10-5 | 6.45 | 0.0014 |
| 1# | 0.00238、0.00208、0.00236、0.00224、0.00238、0.00214、0.00218、0.00204、0.00216、0.00209、0.00215 | 0.00220 | 0.0000123 | 5.61 | 0.0020 |
|  | 8# | 0.00016、0.00016、0.00014、0.00015、0.00016、0.00015、0.00017、0.00015、0.00016、0.00017、0.00016 | 0.00016 | 9.05×10-6 | 5.75 | 0.0002 |

昆明冶金研究院有限公司采用本方法对验证样品中的16种元素进行测定，方法相对标准偏差在1.20%～12.77%之间，回收率在96.3 %～107.9%之间，与X射线荧光光谱法测定结果进行了比对，两种方法分析结果吻合较好。数据见表11和12。

表11准确度实验

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 标准值/% | 测定值/% | 加标量/% | 回收率/% |
| Ca | 0.038 | 0.0384 | —— | —— |
| Fe | 0.034 | 0.0347 | —— | —— |
| V | 0.031 | 0.0303 | —— | —— |
| Ni | 0.020 | 0.0204 | —— | —— |
| Si | 0.024 | 0.0239 | —— | —— |
| Ti\* | 0.0008 | 0.00084 | 0.0010 | 96.7 |
| Na\* | 0.0023 | 0.00261 | 0.0020 | 103.5 |
| Zn\* | 0.0010 | 0.00091 | 0.0010 | 98.7 |
| Al\* | 0.0106 | 0.0108 | 0.010 | 102.3 |
| Ba\* | 0.0006 | 0.00067 | 0.0005 | 98.8 |
| 0.0006 | 0.00067 | 0.0010 | 99.6 |
| Mg\* | 0.0018 | 0.00185 | 0.0010 | 99.4 |
| 0.0018 | 0.00185 | 0.0020 | 102.6 |
| Cr\* | 0.0008 | 0.00086 | 0.0005 | 99.4 |
| 0.0008 | 0.00086 | 0.0010 | 100.2 |
| 0.0008 | 0.00086 | 0.0020 | 99.7 |
| Mn\* | 0.0015 | 0.00154 | 0.0010 | 97.2 |
| 0.0015 | 0.00154 | 0.0020 | 96.3 |
| Pb\* | 0.0006 | 0.00040 | 0.0005 | 97.2 |
| 0.0006 | 0.00040 | 0.0010 | 98.5 |
| K\* | 0.0042 | 0.0048 | 0.0050 | 107.9 |
| P\* | 0.0005 | 0.00058 | 0.0010 | 101.2 |
| 带\*元素的标准值为X射线荧光光谱法测定结果，标记红色元素为新增元素。 | | | | |

表12 验证样品分析结果

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 范围/% | 样品 | 测定值（n=7）/% | 平均值/% | SD/% | RSD/% |
| Al | 0.0015～0.010 | 9# | 0.00433、0.00413、0.00441、0.00389、0.00397、0.00394、0.00382 | 0.0040 | 0.00023 | 5.57 |
| GPW-3 | 0.0115、0.0114、0.0107、0.0100、.0.00957、0.0101  0.00967 | 0.0104 | 0.00079 | 7.61 |
| 0.010～0.050 | 6# | 0.0442、0.0424、0.0423、0.0428、0.0410、0.0433、0.0428 | 0.0427 | 0.00098 | 2.30 |
| 0.050～0.10 | 1# | 0.0532、0.0519、0.0539、0.0505、0.0511、0.0518、0.0524 | 0.0521 | 0.0012 | 2.25 |
| 8# | 0.0804、0.0755、0.0782、0.0768、0.0751、0.0762、0.0772 | 0.0771 | 0.0018 | 2.34 |
| Ba | 0.0001～0.0065 | GPW-3 | 0.00019、0.00017、0.00019、0.00020、0.00021、0.00018、0.00020 | 0.00019 | 1.34×10-5 | 7.03 |
| 9# | 0.00063、0.00062、0.00060、0.00061、0.00059、0.00058、0.00062 | 0.00061 | 1.80×10-5 | 2.96 |
| 8# | 0.00025、0.00023、0.00025、0.00024、0.00026、0.00023、0.00025 | 0.00024 | 1.13×10-5 | 4.64 |
| 6# | 0.00075、0.00072、0.00076、0.00079、0.00075、0.00077、0.00078 | 0.00076 | 2.31×10-5 | 3.04 |
| 1# | 0.00076、0.00074、0.00072、0.00077、0.00080、0.00079、0.00078 | 0.00077 | 2.82×10-5 | 3.68 |
| Ca | 0.0010～0.010 | GPW-3 | 0.00820、0.00800、0.00833、0.00848、0.00861、0.00839、0.00837 | 0.00834 | 0.00020 | 2.35 |
| 8# | 0.00718、0.00650、0.00692、0.00708、0.00734、0.00726、0.00731 | 0.00708 | 0.00030 | 4.17 |
| 0.010～0.050 | 9# | 0.0110、0.0111、0.0109、0.0115、0.0120、0.0118、0.0114、 | 0.0114 | 0.00041 | 3.64 |
| 1# | 0.0271、0.0269、0.0266、0.0262、0.0260、0.0254、0.0253 | 0.0262 | 0.00070 | 2.67 |
| 0.050～0.10 | 6# | 0.0539、0.0526、0.0505、0.0533、0.0527、0.0541、0.0522 | 0.0528 | 0.0012 | 2.30 |
| Cr | 0.0001～0.0050 | 9# | 0.00012、0.00012、0.00010、0.00011、0.00012、0.00010、0.00011 | 0.00011 | 9.00×10-6 | 8.07 |
| GPW-3 | 0.00023、0.00017、0.00018、0.00019、0.00020、0.00021、0.00022 | 0.00020 | 2.16×10-5 | 10.80 |
| 8# | 0.00044、0.00041、0.00044、0.00045、0.00043、0.00040、0.00044 | 0.00043 | 1.83×10-5 | 4.25 |
| 1# | 0.00060、0.00057、0.00058、0.00055、0.00054、0.00053、0.00056 | 0.00056 | 2.41×10-5 | 4.29 |
| 6# | 0.00101、0.00092、0.00091、0.00090、0.00093、0.00096、0.00094 | 0.00094 | 3.72×10-5 | 3.96 |
| Fe | 0.0040～0.020 | 8# | 0.0156、0.0135、0.0138、0.0145、0.0140、0.0141、0.0137 | 0.0142 | 0.00071 | 4.98 |
| 0.020～0.050 | 9# | 0.0249、0.0261、0.0248、0.0269、0.0273、0.0264、0.0277 | 0.0263 | 0.0011 | 4.27 |
| GPW-3 | 0.0461、0.0398、0.0438、0.0422、0.0430、0.0418、0.0417 | 0.0426 | 0.0020 | 4.62 |
| 0.050～0.10 | 1# | 0.0704、0.0635、0.0670、0.0668、0.0654、0.0672、0.0663 | 0.0667 | 0.0021 | 3.13 |
| 6# | 0.0758、0.0692、0.0679、0.0702、0.0728、0.0730、0.0738 | 0.0718 | 0.0028 | 3.90 |
| K | 0.0005～0.0010 | 9# | 0.00060、0.00062、0.00068、0.00058、0.00056、0.00054、0.00056 | 0.00059 | 4.74×10-5 | 8.02 |
| 0.0010～0.010 | 8# | 0.00541、0.00494、0.00511、0.00518、0.00520、0.00502、0.00514 | 0.00514 | 0.00015 | 2.90 |
| GPW-3 | 0.00229、0.00190、0.00211、0.00185、0.00179、0.00201、0.00190 | 0.00198 | 0.00017 | 8.75 |
| 6# | 0.00422、0.00420、0.00423、0.00419、0.00418、0.00413、0.00405 | 0.00417 | 6.26×10-5 | 1.50 |
| 1# | 0.00759、0.00706、0.00777、0.00708、0.00713、0.00689、0.00695 | 0.00721 | 0.00034 | 4.65 |
| Mg | 0.0005～0.0050 | GPW-3 | 0.00130、0.00128、0.00132、0.00139、0.00134、0.00136、0.00135 | 0.00133 | 3.74×10-5 | 2.80 |
| 9# | 0.00148、0.00148、0.00153、0.00150、0.00149、0.00153、0.00152 | 0.00150 | 2.23×10-5 | 1.48 |
| 8# | 0.00099、0.00093、0.00098、0.00095、0.00099、0.00096、0.00095 | 0.00096 | 2.30×10-5 | 2.38 |
| 1# | 0.00391、0.00381、0.00403、0.00395、0.00388、0.00397、0.00403 | 0.00394 | 8.02×10-5 | 2.04 |
| 6# | 0.00468、0.00477、0.00438、0.00429、0.00436、0.00457、0.00445 | 0.00450 | 0.00018 | 3.96 |
| Mn | 0.0001～0.0010 | GPW-3 | 0.00030、0.00026、0.00028、0.00029、0.00027、0.00031、0.00032 | 0.00029 | 2.16×10-5 | 7.45 |
| 9# | 0.00024、0.00024、0.00023、0.00026、0.00028、0.00027、0.00029 | 0.00026 | 2.27×10-5 | 8.77 |
| 0.0010～0.0050 | 8# | 0.00430、0.00404、0.00422、、0.00435、0.00428、0.00427、0.00421 | 0.00424 | 9.96×10-5 | 2.35 |
| 1# | 0.00160、0.00152、0.00152、0.00149、0.00155、0.00151、0.00152 | 0.00153 | 3.56×10-5 | 2.33 |
| 6# | 0.00194、0.00185、0.00180、0.00188、0.00187、0.00192、0.00194 | 0.00189 | 5.16×10-5 | 2.74 |
| Na | 0.0010～0.0050 | GPW-3 | 0.00229、0.00197、0.00225、0.00201、0.00187、0.00176、0.00185 | 0.00200 | 0.00020 | 10.10 |
| 9# | 0.00470、0.00470、0.00459、0.00435、0.00442、0.00427、0.00430 | 0.00448 | 0.00019 | 4.14 |
| 0.010～0.050 | 8# | 0.0416、0.0393、0.0414、0.0420、0.0411、0.0405、0.0403 | 0.0409 | 0.00095 | 2.32 |
| 6# | 0.0246、0.0248、0.0246、0.0221、0.0214、0.0208、0.0217 | 0.0229 | 0.0017 | 7.60 |
| 1# | 0.0465、0.0466、0.0479、0.0427、0.0419、0.0433、0.0437 | 0.0447 | 0.0023 | 5.16 |
| Ni | 0.0003～0.050 | 8# | 0.00656、0.00594、0.00596、0.00602、0.00612、0.00623、0.00622 | 0.00615 | 0.00022 | 3.50 |
| GPW-3 | 0.0191、0.0173、0.0191、0.0199、0.0205、0.0213、0.0215、 | 0.0198 | 0.0015 | 7.39 |
| 1# | 0.0201、0.0187、0.0192、0.0199、0.0206、0.0193、0.0196 | 0.0196 | 0.00063 | 3.22 |
| 6# | 0.0216、0.0200、0.0194、0.0209、0.0212、0.0198、0.0213 | 0.0206 | 0.00085 | 4.15 |
| 9# | 0.0240、0.0245、0.0236、0.0255、0.0264、0.0259、0.0269 | 0.0253 | 0.0013 | 4.95 |
| P | 0.0002～0.0010 | GPW-3 | 0.00032、0.00032、0.00034、0.00031、0.00030、0.00033、0.00032 | 0.00032 | 1.29×10-5 | 4.03 |
| 9# | 0.00053、0.00055、0.00054、0.00050、0.00051、0.00049、0.00052 | 0.00052 | 2.16×10-5 | 4.15 |
| 0.0010～0.0050 | 8# | 0.00163、0.00149、0.00159、0.00162、0.00158、0.00163、0.00159 | 0.00159 | 4.86×10-5 | 3.06 |
| 6# | 0.00100、0.00096、0.00092、0.00099、0.00102、0.00098、0.00104 | 0.00099 | 3.94×10-5 | 4.00 |
| 1# | 0.00112、0.00112、0.00111、0.00110、0.00114、0.00113、0.00111 | 0.00112 | 1.35×10-5 | 1.20 |
| Pb | 0.0001～0.0050 | 6# | 0.00027、0.00032、0.00035、0.00036、0.00037、0.00033、0.00034 | 0.00033 | 3.31×10-5 | 9.90 |
| 1# | 0.00107、0.00099、0.00095、0.00092、0.00093、0.00091、0.00094 | 0.00096 | 5.55×10-5 | 5.79 |
| Si | 0.0060～0.010 | 9# | 0.00776、0.00725、0.00755、0.00728、0.00732 0.00710、 0.00724 | 0.00736 | 0.00022 | 3.03. |
| 0.010～0.1 | 8# | 0.0924、0.0858、0.0885、0.0886、0.0894、0.0876、0.0865 | 0.0884 | 0.0022 | 2.45 |
| GPW-3 | 0.0205、0.0191、0.0193、0.0195、0.0199、0.0191、0.0192 | 0.0195 | 0.00052 | 2.65 |
| 1# | 0.0284、0.0269、0.0269、0.0260、0.0258、0.0254、0.0264 | 0.0265 | 0.00099 | 3.73 |
| 6# | 0.0380、0.0364、0.0358、0.0364、0.0367、0.0358、0.0356 | 0.0364 | 0.00082 | 2.25 |
| Ti | 0.0001～0.0005 | 9# | 0.00027、0.00027、0.00027、0.00029、0.00028、0.00028、0.00027 | 0.00028 | 7.87×10-6 | 2.85 |
| 0.0005～0.0010 | 1# | 0.00074、0.00068、0.00071、0.00072、0.00073、0.00070、0.00069 | 0.00071 | 2.16×10-5 | 3.04 |
| GPW-3 | 0.00099、0.00092、0.00084、0.00086、0.00083、0.00090、0.00092 | 0.00089 | 5.59×10-5 | 6.25 |
| 6# | 0.00094、0.00088、0.00091、0.00093、0.00098、0.00090、0.00089 | 0.00092 | 3.44×10-5 | 3.74 |
| 0.0010～0.0050 | 8# | 0.00273、0.00253、0.00264、0.00268、0.00271、0.00269、0.00265 | 0.00266 | 6.59×10-5 | 2.48 |
| V | 0.0002～0.050 | 8# | 0.00428、0.00394、0.00413、0.00418、0.00427、0.00438、0.00402 | 0.00417 | 0.00015 | 3.70 |
| 9# | 0.0133、0.0134、0.0131、0.0136、0.0140、0.0138、0.0139 | 0.0136 | 0.00033 | 2.46 |
| 6# | 0.0212、0.0205、0.0199、0.0215、0.0220、0.0210、0.0208 | 0.0210 | 0.00068 | 3.25 |
| 0.050～0.10 | 1# | 0.0493、0.0488、0.0480、0.0499、0.0505、0.0497、0.0501 | 0.0495 | 0.00085 | 1.72 |
| GPW-3 | 0.0566、0.0544、0.0557、0.0588、0.0591、0.0575、0.0570 | 0.0570 | 0.0017 | 2.91 |
| Zn | 0.0001～0.0010 | 8# | 0.00013、0.00010、0.00010、0.00012、0.00011、0.00014、0.00012 | 0.00012 | 1.50×10-5 | 12.77 |
| GPW-3 | 0.00038、0.00040、0.00045、0.00037、0.00039、0.00042、0.00045、 | 0.00041 | 3.24×10-5 | 7.92 |
| 9# | 0.00042、0.00041、0.00041、0.00050、0.00054、0.00049、0.00048 | 0.00046 | 5.13×10-5 | 11.04 |
| 0.0010～0.0020 | 6# | 0.00117、0.00126、0.00125、0.00112、0.00110、0.00112、0.00117 | 0.00117 | 6.38×10-5 | 5.45 |
| 1# | 0.00187、0.00178、0.00195、0.00215、0.00210、0.00188、0.00199、 | 0.00196 | 0.00013 | 6.70 |

国标（北京）检验认证有限公司采用本方法对验证中的16种元素进行测定。数据见表13。表13 验证样品分析结果

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 范围/% | 样品 | 测定值（n=11）/% | 平均值/% | SD/% | RSD/% |
| Al | 0.0015～0.010 | 9# | 0.00497、0.00428、0.00411、0.00497、0.00423、0.00408、0.00437、0.00422、0.00455、0.00431、0.00431 | 0.00440 | 0.00031 | 7.00 |
| GPW-1 | 0.0122、0.0122、0.0123、0.0123、0.0123、0.0124、0.0125、0.0125、0.0126、0.0123、0.0123 | 0.0124 | 0.00013 | 1.08 |
| 0.010～0.050 | 6# | 0.0426、0.0420、0.0423、0.0420、0.0421、0.0427、0.0443、0.0418、0.0421、0.0423、0.0438 | 0.0423 | 0.00081 | 1.89 |
| 0.050～0.10 | 1# | 0.0512、0.0514、0.0507、0.0518、0.0518、0.0509、0.0521、0.0512、0.0516、0.0525、0.0518、 | 0.0516 | 0.00053 | 1.02 |
| 8# | 0.0795、0.0798、0.0805、0.0806、0.0803、0.0792、0.0788、0.0816、0.0808、0.0798、0.0795 | 0.0800 | 0.00081 | 1.01 |
| GPW-2 | 0.0510、0.0519、0.0526、0.0524、0.0524、0.0519、0.0520、0.0525、0.0528、0.0523、0.0525 | 0.0522 | 0.00048 | 0.92 |
| Ba | 0.0001～0.0065 | 8# | 0.00026、0.00026、0.00025、0.00025、0.00025、0.00025、0.00025、0.00025、0.00025、0.00025、0.00025、0.00026 | 0.00025 | 4.47×10-5 | 1.77 |
| 9# | 0.00063、0.00064、0.00064、0.00062、0.00063、0.00063、0.00062、0.00062、0.00063、0.00064、0.00065 | 0.00063 | 1.09×10-5 | 1.73 |
| GPW-1 | 0.00061、0.00061、0.00061、0.00062、0.00062、0.00062、  0.00060、0.00060、0.00060、0.00063、0.00063 | 0.0006 | 1.10×10-5 | 1.79 |
| GPW-2 | 0.00078、0.00078、0.00078、0.00079、0.00080、0.00080、0.00078、0.00078、0.00078、0.00077、0.00077 | 0.00078 | 0 | 1.19 |
| 6# | 0.00078、0.00072、0.00078、0.00074、0.00078、0.00076、  0.00078、0.00078、0.00078、0.00074、0.00071 | 0.00076 | 0.00003 | 3.35 |
| 1# | 0.00076、0.00077、0.00077、0.00075、0.00076、0.00077、  0.00077、0.00078、0.00073、0.00070、0.00071 | 0.00075 | 0.00003 | 3.60 |
| Ca | 0.0010～0.010 | 8# | 0.00795、0.00757、0.00747、0.00731、0.00733、0.00796、0.00757、0.00740、0.00741、0.00738、0.00737 | 0.00752 | 0.00022 | 2.98 |
| 0.010～0.050 | 9# | 0.0116、0.0118、0.0117、0.0115、0.0118、0.0117、0.0116、0.0117、0.0116、0.0119、0.0119 | 0.0117 | 0.00012 | 1.07 |
| GPW-2 | 0.0249、0.0248、0.0253、0.0253、0.0251、0.0251、0.0250、0.0255、0.0255、0.0253、0.0249 | 0.0251 | 0.00025 | 0.98 |
| GPW-1 | 0.0270、0.0271、0.0269、0.0271、0.0268、0.0272、0.0273、0.0271、0.0273、0.0271、0.0263 | 0.0270 | 0.00029 | 1.08 |
| 1# | 0.0279、0.0276、0.0278、0.0280、0.0273、0.0272、0.0271、0.0273、0.0274、0.0279 | 0.0276 | 0.00034 | 1.25 |
| 0.050～0.10 | 6# | 0.0563、0.0557、0.0556、0.0556、0.0554、0.0556、0.0553、0.0550、0.0553、0.0551、0.0552 | 0.0555 | 0.00035 | 0.64 |
| Cr | 0.0001～0.0050 | GPW-2 | 0.00026、0.00025、0.00026、0.00028、0.00028、0.00028、0.00024、0.00026、0.00025、0.00028、0.00027、 | 0.00026 | 1.34×105 | 5.09 |
| 9# | 0.00013、0.00010、0.00008、0.00015、0.00010、0.00010、0.00009、0.00009、0.00010、0.00009、0.00010 | 0.00010 | 0 | 20.17 |
| 8# | 0.00474、0.00421、0.00416、0.00420、0.00421、0.00423、0.00422、0.00418、0.00422、0.00419、0.00423 | 0.00425 | 0.00016 | 3.81 |
| GPW-1 | 0.00022、0.00021、0.00022、0.00023、0.00023、0.00023、0.00022、0.00022、0.00023、0.00021、.00022 | 0.00022 | 8.46×10-66 | 3.82 |
| 1# | 0.00055、0.00055、0.00056、0.00055、0.00055、0.00059、0.00059、0.00060、0.00060、0.00059、0.00057 | 0.0006 | 2.12×10-5 | 3.08 |
| 6# | 0.00097、0.00097、0.00098、0.00098、0.00098、0.00101、0.00102、0.00102、0.00102、0.00102、0.00098 | 0.00100 | 2.00×10-5 | 2.01 |
| Fe | 0.0040～0.020 | GPW-2 | 0.0136、0.0137、0.0137、0.0137、0.0135、0.0132、0.0135、0.0135、0.0138、0.0134、0.0137 | 0.0136 | 0.00018 | 1.30 |
| GPW-1 | 0.0193、0.0194、0.0193、0.0192、0.0192、0.0193、0.0195、0.0195、0.0195、0.0190、0.0194 | 0.0193 | 0.00015 | 0.78 |
| 8# | 0.0172、0.0168、0.0168、0.0165、0.0166、0.0172、0.0169、0.0166、0.016、0.0166、0.0168 | 0.0168 | 0.00023 | 1.36 |
| 0.020～0.050 | 9# | 0.0307、0.0308、0.0309、0.0312、0.0313、0.0300、0.0310、0.0320、0.0304、0.0311、0.0305 | 0.0309 | 0.00051 | 1.65 |
| 0.050～0.10 | 1# | 0.0696、0.0701、0.0697、0.0702、0.0703、0.0699、0.0706、0.0709、0.0708、0.0707、0.0700 | 0.0702 | 0.00045 | 0.64 |
| 6# | 0.0786、0.0779、0.0778、0.0780、0.0777、0.0771、0.0760、0.0776、0..0766、0.0770、0.0778 | 0.0770 | 0.00073 | 0.95 |
| K | 0.0005～0.0010 | 9# | 0.00059、0.00064、0.00051、0.00059、0.00064、0.00051、0.00059、0.00064、0.00051、0.00051、0.00064 | 0.00058 | 5.96×10-5 | 10.29 |
| GPW-1 | 0.00140、0.00147、0.00142、0.00140、0.00147、0.00142、0.00140、0.00147、0.00140、0.00142、0.00147 | 0.00143 | 0.00003 | 2.16 |
| 0.0010～0.010 | GPW-2 | 0.00101、0.00112、0.00106、0.00101、0.00112、0.00106、0.00101、0.00112、0.00106、0.00106、0.00101 | 0.00106 | 0.00005 | 4.32 |
| 8# | 0.00416、0.00417、0.00413、0.00418、0.00419、0.00420、0.00421、0.00413、0.00418、0.00409、0.00411 | 0.00416 | 0.00004 | 0.93 |
| 6# | 0.00343、0.00342、0.00336、0.00343、0.00336、0.00331、0.00342、0.00336、0.00337、0.00340、0.00332 | 0.00338 | 0.00004 | 1.27 |
| 1# | 0.00689、0.00698、0.00688、0.00692、0.00698、0.00689、0.00680、0.00683、0.00700、0.00680、0.00681 | 0.00689 | 0.00008 | 1.10 |
| Mg | 0.0005～0.0050 | GPW-1 | 0.00138、0.00138、0.00138、0.00141、0.00141、0.00140、0.00138、0.00143、0.00141、0.00145、0.00134 | 0.00140 | 0.00003 | 2.12 |
| 8# | 0.00095、0.00092、0.00091、0.00091、0.00090、0.00096、0.00092、0.00091、0.00091、0.00091、0.00096 | 0.00092 | 0.00003 | 2.43 |
| 9# | 0.00145、0.00156、0.00147、0.00149、0.00150、0.00150、0.00147、0.00148、0.00144、0.00145、0.00153 | 0.00148 | 0.00004 | 2.45 |
| GPW-2 | 0.00229、0.00230、0.00230、0.00231、0.00237、0.00235、0.00226、0.00231、0.00237、0.00229、0.00232 | 0.00232 | 0.000045 | 1.52 |
| 1# | 0.00381、0.00386、0.00389、0.00387、0.00391、0.00376、0.00395、0.00371、0.00389、0.00366、0.00385 | 0.00383 | 0.00009 | 2.34 |
| 6# | 0.00475、0.00476、0.00474、0.00474、0.00477、0.00475、0.00489、0.00487、0.00470、0.00471、0.00477 | 0.00477 | 0.00006 | 1.28 |
| Mn | 0.0001～0.0010 | GPW-2 | 0.00029、0.00029、0.00029、0.00028、0.00026、0.00027、0.00030、0.00030、0.00031、0.00028、0.00026 | 0.00028 | 0.00002 | 5.68 |
| 9# | 0.00029、0.00025、0.00024、0.00031、0.00026、0.00026、0.00033、0.00030、0.00029、0.00026、0.00026、0.00026 | 0.00028 | 0.00003 | 9.92 |
| GPW-1 | 0.00050、0.00050、0.00050、0.00051、0.00051、0.00051、0.00051、0.00053、0.00053、0.00053、0.00051 | 0.00051 | 0.00001 | 2.55 |
| 0.0010～0.0050 | 1# | 0.00166、0.00167、0.00168、0.00167、0.00172、0.00164、0.00163、0.00166、0.00163、0.00177、0.001637 | 0.00167 | 0.00004 | 2.65 |
| 6# | 0.00194、0.00497、0.00200、0.00196、0.00195、0.00198、0.00200、0.00196、0.00192、0.00188、0.00188 | 0.00195 | 0.00004 | 2.18 |
| 8# | 0.00462、0.00462、0.00458、0.00461、0.00433、0.00462、0.00480、0.00460、0.00473、0.00472、0.00452 | 0.00461 | 0.0001 | 2.68 |
| Na | 0.0010～0.0050 | GPW-1 | 0.00095、0.00094、0.00093、0.00095、0.00094、0.00093、0.00095、0.00094、0.00093、0.00095、0.00094 | 0.00094 | 0.00001 | 1.29 |
| 9# | 0.00452、0.00432、0.00424、0.00452、0.00432、0.00424、0.00452、0.00432、0.00424、0.00452、0.00432 | 0.00437 | 0.00006 | 2.84 |
| 0.0050～0.010 | GPW-2 | 0.00558、0.00560、0.00564、0.00538、0.00548、0.00564、0.00558、0.00544、0.00540、0.00558、0.00588 | 0.00556 | 0.00014 | 2.52 |
| 0.010～0.050 | 6# | 0.0207、0.0210、0.0204、0.0208、0.0204、0.0211、0.0214、0.0203、0.0208、0.0216、0.0214 | 0.0209 | 0.00043 | 2.06 |
| 1# | 0.0430、0.0432、0.0409、0.0432、0.0416、0.0430、0.0432、0.0444、0.0432、0.0432、0.0446 | 0.0430 | 0.00053 | 2.46 |
| 8# | 0.0335、0.0338、0.0333、0.0335、0.0334、0.0326、0.0322、0.0321、0.0327、0.0322、0.0326 | 0.0329 | 0.0006 | 1.87 |
| Ni | 0.0003～0.050 | GPW-1 | 0.0180、0.0158、0.0181、0.0183、0.0179、0.0189、0.0186、0.0183、0.0197、0.0185、0.0189 | 0.0185 | 0.00050 | 2.69 |
| GPW-2 | 0.0238、0.0237、0.0241、0.0242、0.0235、0.0258、0.0237、0.0256、0.0257、0.0247、0.0235 | 0.0243 | 0.00090 | 3.69 |
| 8# | 0.00561、0.00580、0.00579、0.00570、0.00559、0.00598、0.00569、0.00579、0.00587、0.00572、0.00569 | 0.00575 | 0.00011 | 1.95 |
| 1# | 0.0197、0.0206、0.0195、0.0197、0.0197、0.0201、0.0199、0.198、0.199、0.0200、0.0199 | 0.0199 | 0.00028 | 1.39 |
| 6# | 0.0204、0.0200、0.0206、0.0206、0.0204、0.0204、0.0200、0.0206、0.0206、0.0204、0.0206 | 0.0204 | 0.00021 | 1.02 |
| 9# | 0.0239、0.0237、0.0233、0.0240、0.0244、0.0238、0.0243、0.0245、0.0244、0.0246、0.0238 | 0.0240 | 0.00040 | 1.67 |
| P | 0.0002～0.0010 | GPW-2 | 0.00060、0.00059、0.00054、0.00060、0.00059、0.00054、0.00060、0.00059、0.00054、0.00060、0.00069 | 0.00058 | 0.00002 | 4.27 |
| GPW-1 | 0.00061、0.00078、0.00074、0.00061、0.00078、0.00074、0.00061、0.00078、0.00074、0.00061、0.00078 | 0.00071 | 0.00007 | 10.95 |
| 9# | 0.00094、0.00093、0.00096、0.00094、0.00093、0.00096、0.00094、0.00093、0.00096、0.00094、0.00093 | 0.00094 | 0.00002 | 1.69 |
| 0.0010～0.0050 | 6# | 0.00101、0.00104、0.00091、0.00102、0.00114、0.00101、0.00104、0.00091、0.00102、0.00114、0.00104 | 0.00103 | 0.00007 | 7.18 |
| 1# | 0.00136、0.00140、0.00149、0.00153、0.00125、0.00136、0.00140、0.00149、0.00153、0.00125、0.00140 | 0.00141 | 0.00010 | 6.89 |
| 8# | 0.00157、0.00174、0.00203、0.00175、0.00185、0.00157、0.00174、0.00203、0.00175、0.00185、0.00174 | 0.00178 | 0.00015 | 8.52 |
| Pb | 0.0001～0.0050 | 6# | 0.00029、0.00037、0.00028、0.00035、0.00030、0.00029、0.00037、0.00028、0.00035、0.00030、0.00030 | 0.00032 | 0.00004 | 12.09 |
| 1# | 0.00087、0.00091、0.00088、0.00097、0.00086、0.00087、0.00091、0.00088、0.00097、0.00086、0.00087 | 0.00090 | 0.00004 | 4.38 |
| 8# | 0.000267、0.000274、0.000261、0.000258、0.000274、0.000267、0.000274、0.00261、0.00258、0.00271、0.00267 | 0.00266 | 0.00006 | 2.21 |
| Si | 0.0060～0.010 | 9# | 0.00768、0.00681、0.00655、0.00767、0.00681、0.00650、0.00768、0.00681、0.00655、0.00767、0.00681 | 0.00705 | 0.00051 | 7.20 |
| 0.010～0.050 | GPW-2 | 0.0124、0.0128、0.0126、0.125、0.0121、0.0125、0.0128、0.0130、0.0128、0.0125、0.0129 | 0.0126 | 0.00025 | 1.97 |
| GPW-1 | 0.0157、0.0156、0.0158、0.0160、0.0158、0.0159、0.0156、0.0158、0.0161、0.0158、0.0155 | 0.0158 | 0.00019 | 1.18 |
| 1# | 0.0258、0.0260、0.0264、0.0262、0.0262、0.0256、0.0259、0.0263、0.0260、0.0260、0.0260 | 0.0260 | 0.00022 | 0.85 |
| 6# | 0.0369、0.0371、0.0368、0.0371、0.0375、0.0372、0.0379、0.0372、0.0380、0.0372、0.0364 | 0.0372 | 0.00045 | 1.22 |
| 0.050～0.10 | 8# | 0.0949、0.0938、0.0935、0.0942、0.0952、0.0926、0.0933、0.0954、0.0937、0.0946、0.0955 | 0.0942 | 0.00094 | 1.01 |
| Ti | 0.0001～0.0005 | 9# | 0.00022、0.00020、0.00019、0.00022、0.00020、0.00019、0.00025、0.00023、0.00022、0.00019 | 0.00021 | 0.00002 | 10.44 |
| 0.0005～0.0010 | GPW-1 | 0.00066、0.00066、0.00065、0.00065、0.00065、0.00065、0.00066、0.00066、0.00066、0.00068、0.00069 | 0.00066 | 0.00001 | 1.96 |
| 1# | 0.00066、0.00066、0.00066、0.00064、0.00070、0.00065、0.00069、0.00066、0.00063、0.00065、0.00061 | 0.00066 | 0.00002 | 3.65 |
| 6# | 0.00091、0.00090、0.00091、0.00086、0.00085、0.00091、0.00086、0.00095、0.00089、0.00092、0.00087 | 0.00089 | 0.00003 | 3.48 |
| 0.0010～0.0050 | GPW-2 | 0.00098、0.00099、0.00099、0.00098、0.00099、0.00099、0.00096、0.00098、0.00098、0.00101、0.00101 | 0.00099 | 0.00001 | 1.41 |
| 8# | 0.00292、0.00292、0.00293、0.00298、0.00291、0.00295、0.00292、0.00285、0.00280、0.00290、0.00287 | 0.00290 | 0.00005 | 1.70 |
| V | 0.0002～0.0050 | 8# | 0.00496、0.00484、0.00475、0.00476、0.00475、0.00488、0.00472、0.00470、0.00468、0.00466、0.00468 | 0.00476 | 0.00010 | 2.00 |
| 0.0050～0.050 | GPW-2 | 0.0135、0.0136、0.0136、0.0134、0.0135、0.0135、0.0132、0.0134、0.0133、0.0135、0.0135 | 0.0135 | 0.00013 | 0.98 |
| 9# | 0.0141、0.0142、0.0147、0.0147、0.0141、0.0144、0.0146、0.0142、0.0144、0.0141、0.0141 | 0.0143 | 0.00025 | 1.71 |
| GPW-1 | 0.0141、0.0143、0.0143、0.0141、0.0144、0.0144、0.0140、0.0142、0.0142、0.0140、0.0141 | 0.0142 | 0.00014 | 0.98 |
| 6# | 0.0225、0.0222、0.0221、0.0221、0.0220、0.0224、0.0221、0.0219、0.0220、0.0219、0.0221 | 0.0221 | 0.00018 | 0.82 |
| 0.050～0.10 | 1# | 0.0522、0.0524、0.0522、0.0521、0.0527、0.0519、0.0521、0.0512、0.0529、0.0526、0.0512 | 0.0522 | 0.00056 | 1.07 |
| Zn | 0.0001～0.0010 | GPW-1 | 0.00026、0.00026、0.00025、0.00022、0.00024、0.00022、0.00026、0.00025、0.00026、0.00025、0.00024、0.00024 | 0.00025 | 0.00001 | 5.56 |
| GPW-2 | 0.00027、0.00028、0.00019、0.00019、0.00020、0.00027、0.00028、0.00028、0.00019、0.00019、0.000019 | 0.00024 | 0.00005 | 19.21 |
| 9# | 0.00044、0.00045、0.00044、0.00042、0.00042、0.00044、0.00042、0.00040、0.00046、0.00042、0.00042 | 0.00043 | 0.00002 | 3.92 |
| 0.0010～0.0020 | 6# | 0.00098、0.00087、0.00086、0.00081、0.00104、0.00108、0.00108、0.00106、0.00107、0.00106、0.00104 | 0.0011 | 5.22×10-5 | 4.95 |
| 1# | 0.00186、0.00182、0.00202、0.00196、0.00192、0.00187、0.00189、0.00191、0.00191、0.00189、0.00192 | 0.00191 | 0.00005 | 2.75 |

岛津企业管理（中国）有限公司采用本方法对验证样品中的16种元素进行测定，方法相对标准偏差在0.23%～21.93%之间。结果见表14。

表14验证样品分析结果

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 范围/% | 样品 | 测定值（n=11）/% | 平均值/% | SD/% | RSD/% |
| Al | 0.0015～0.010 | 9# | 0.00390、0.00384、0.00390、0.00392、0.00392、0.00386、0.00386、0.00382、0.00386、0.00384、0.00380 | 0.00387 | 4.01×10-5 | 1.04 |
| GPW-1 | 0.00774、0.00782、0.00776、0.00776、0.00780、0.00778、  0.00784、0.00792、0.00784、0.00784、0.00786 | 0.00781 | 5.30×10-5 | 0.68 |
| GPW-3 | 0.00974、0.00978、0.00982、0.00980、0.00972、0.00982、  0.00974、0.00972、0.00984、0.00982、0.00990 | 0.00979 | 5.68×10-5 | 0.58 |
| 0.010～0.050 | 6# | 0.0422、0.0420、0.0418、0.0416、0.0418、0.0416、0.0416、0.0420、0.0422、0.0420、0.0420 | 0.0419 | 0.00023 | 0.55 |
| 0.050～0.10 | 1# | 0.0530、0.0524、0.0528、0.0528、0.0526、0.0524、0.0542、0.0532、0.0526、0.0524、0.0516 | 0.0527 | 0.00064 | 1.21 |
| GPW-2 | 0.0516、0.0518、0.0516、0.0524、0.0522、0.0518、  0.0512、0.0514、0.0508、0.0512、0.0512 | 0.0516 | 0.00047 | 0.91 |
| Ba | 0.0001～0.0065 | GPW-3 | 0.00018、0.00019、0.00017、0.00017、0.00019、0.00019、0.00019、0.00018、0.00019、0.00019、0.00019 | 0.00019 | 9.82×10-7 | 0.53 |
| 9# | 0.00066、0.00066、0.00066、0.00066、0.00066、0.00066、0.00066、0.00065、0.00065、0.00065、0.00065 | 0.00066 | 5.37×10-6 | 0.82 |
| GPW-1 | 0.00062、0.00062、0.00062、0.00062、0.00062、0.00063、  0.00063、0.00062、0.00063、0.00063、0.00063 | 0.00062 | 3.16×10-6 | 0.51 |
| GPW-2 | 0.00083、0.00082、0.00082、0.00082、0.00082、0.00083、0.00083、0.00082、0.00083、0.00082、0.00082 | 0.00082 | 2.83×10-6 | 0.35 |
| 6# | 0.00080、0.00080、0.00080、0.00080、0.00080、0.00081、  0.00080、0.00080、0.00081、0.00081、0.00080 | 0.00080 | 5.39×10-6 | 0.67 |
| 1# | 0.00079、0.00078、0.00078、0.00079、0.00079、0.00078、  0.00078、0.00078、0.00078、0.00079、0.00079 | 0.00079 | 2.94×10-6 | 0.37 |
| Ca | 0.0010～0.010 | GPW-3 | 0.00844、0.00854、0.00840、0.00850、0.00860、0.00842、0.00844、0.00854、0.00836、0.00846、0.00858 | 0.00848 | 7.75×10-5 | 0.91 |
| 0.010～0.050 | 9# | 0.0115、0.0115、0.0115、0.0115、0.0115、0.0115、0.0115、0.0115、0.0114、0.0114、0.0114 | 0.0115 | 4.94×10-5 | 0.43 |
| GPW-2 | 0.0242、0.0242、0.0242、0.0244、0.0242、0.0242、0.0240、0.0240、0.0240、0.0240、0.0238 | 0.0241 | 0.00016 | 0.66 |
| GPW-1 | 0.0274、0.0268、0.0268、0.0268、0.0266、0.0270、0.0268、0.0268、0.0266、0.0266、0.0270 | 0.0268 | 0.00023 | 0.86 |
| 1# | 0.0284、0.0284、0.0282、0.0284、0.0284、0.0284、0.0284、0.0284、0.0284、0.0284、0.0284 | 0.0284 | 8.94×10-5 | 0.31 |
| 0.050～0.10 | 6# | 0.0568、0.0564、0.0566、0.0568、0.0568、0.0566、0.0568、0.0568、0.0568、0.0568、0.0568 | 0.0567 | 0.00013 | 0.23 |
| Cr | 0.0001～0.0050 | GPW-2 | 0.00015、0.00016、0.00017、0.00016、0.00016、0.00018、0.00015、0.00015、0.00016、0.00016、0.00016 | 0.00016 | 8.94×10-6 | 5.59 |
| 9# | 0.00011、0.000098、0.000098、0.000100、0.000097、0.000097、0.00011、0.000097、0.000097、0.000096、0.00011 | 0.00010 | 5.96×10-6 | 5.91 |
| GPW-3 | 0.00018、0.00017、0.00016、0.00020、0.00017、0.00017、0.00018、0.00018、0.00017、0.00019、0.00018、 | 0.00018 | 1.10×10-5 | 6.23 |
| GPW-1 | 0.00024、0.00025、0.00024、0.00025、0.00024、0.00024、0.00024、0.00024、0.00024、0.00025、.00024 | 0.00024 | 9.34×10-7 | 0.38 |
| 1# | 0.00057、0.00054、0.00052、0.00053、0.00054、0.00054、0.00056、0.00053、0.00052、0.00055、0.00051 | 0.00054 | 1.79×10-5 | 3.34 |
| 6# | 0.00089、0.00089、0.00090、0.00089、0.00090、0.00091、0.00089、0.00090、0.00090、0.00091、0.00091 | 0.00090 | 8.31×10-6 | 0.92 |
| Fe | 0.0040～0.020 | GPW-2 | 0.0121、0.0120、0.0120、0.0120、0.0120、0.0120、0.0120、0.0120、0.0120、0.0120、0.0120、 | 0.0120 | 3.52×10-5 | 0.29 |
| GPW-1 | 0.0189、0.0188、0.0187、0.0185、0.0187、0.0188、0.0188、0.0188、0.0188、0.0185、0.0187 | 0.0187 | 0.00011 | 0.59 |
| 0.020～0.050 | 9# | 0.0270、0.0266、0.0266、0.0266、0.0264、0.0266、0.0266、0.0268、0.0268、0.0270、0.0270 | 0.0267 | 0.00021 | 0.79 |
| GPW-3 | 0.0418、0.0420、0.0420、0.0422、0.0422、0.0424、0.0424、0.0424、0.0424、0.0424、0.0420 | 0.0422 | 0.00022 | 0.52 |
| 0.050～0.10 | 1# | 0.0670、0.0670、0.0666、0.0670、0.0666、0.0668、0.0678、0.0672、0.0672、0.0668、0.0664 | 0.0669 | 0.00038 | 0.57 |
| 6# | 0.0776、0.0772、0.0776、0.0776、0.0774、0.0772、0.0774、0.0774、0.0774、0.0776、0.0770 | 0.0774 | 0.00020 | 0.26 |
| K | 0.0005～0.0010 | 9# | 0.00059、0.00060、0.00061、0.00061、0.00060、0.00060、0.00058、0.00059、0.00059、0.00057、0.00059 | 0.00059 | 1.08×10-5 | 1.82 |
| GPW-1 | 0.00077、0.00078、0.00077、0.00078、0.00078、0.00077、0.00079、0.00079、0.00078、0.00079、0.00079 | 0.00078 | 8.06×10-6 | 1.03 |
| 0.0010～0.010 | GPW-2 | 0.00109、0.00106、0.00108、0.00106、0.00108、0.00108、0.00107、0.00109、0.00106、0.00106、0.00107 | 0.00107 | 1.06×10-5 | 0.99 |
| GPW-3 | 0.00142、0.00142、0.00142、0.00143、0.00142、0.00140、0.00142、0.00141、0.00141、0.00146、0.00144 | 0.00142 | 1.73×10-5 | 1.22 |
| 6# | 0.00344、0.00348、0.00350、0.00346、0.00352、0.00352、0.00354、0.00346、0.00346、0.00354、0.00360 | 0.00350 | 4.77×10-5 | 1.36 |
| 1# | 0.00674、0.00674、0.00682、0.00672、0.00678、0.00682、0.00676、0.00674、0.00694、0.00686、0.00670 | 0.00678 | 7.09×10-5 | 1.05 |
| Mg | 0.0005～0.0050 | GPW-1 | 0.00094、0.00092、0.00090、0.00089、0.00091、0.00093、0.00092、0.00091、0.00093、0.00092、0.00090 | 0.00092 | 1.33×10-5 | 1.45 |
| GPW-3 | 0.00096、0.00096、0.00097、0.00097、0.00095、0.00096、0.00096、0.00094、0.00097、0.00097、0.00097 | 0.00096 | 9.23×10-6 | 0.96 |
| 9# | 0.00117、0.00116、0.00116、0.00118、0.00116、0.00118、0.00116、0.00114、0.00115、0.00114、0.00113 | 0.00116 | 1.43×10-5 | 1.24 |
| GPW-2 | 0.00200、0.00200、0.00199、0.00200、0.00199、0.00200、0.00200、0.00200、0.00202、0.00198、0.00198 | 0.00200 | 1.08×10-5 | 0.54 |
| 1# | 0.00352、0.00346、0.00348、0.00350、0.00346、0.00346、0.00348、0.00346、0.00346、0.00352、0.00350 | 0.00348 | 2.44×10-5 | 0.70 |
| 6# | 0.00428、0.00428、0.00426、0.00432、0.00432、0.00432、0.00428、0.00426、0.00434、0.00438、0.00430 | 0.00430 | 3.67×10-5 | 0.85 |
| Mn | 0.0001～0.0010 | GPW-2 | 0.00024、0.00025、0.00024、0.00026、0.00023、0.00027、0.00025、0.00024、0.00026、0.00025、0.00025 | 0.00025 | 1.14×10-5 | 4.56 |
| GPW-3 | 0.00033、0.00033、0.00034、0.00034、0.00033、0.00033、0.00033、0.00033、0.00034、0.00034、0.00034 | 0.00033 | 1.75×10-6 | 0.52 |
| 9# | 0.00023、0.00024、0.00023、0.00024、0.00024、0.00025、0.00024、0.00022、0.00025、0.00023、0.00024 | 0.00024 | 9.04×10-6 | 3.81 |
| GPW-1 | 0.00049、0.00049、0.00048、0.00048、0.00048、0.00049、0.00048、0.00048、0.00048、0.00048、0.00048 | 0.00048 | 2.75×10-6 | 0.57 |
| 0.0010～0.0050 | 1# | 0.00152、0.00152、0.00152、0.00152、0.00151、0.00151、0.00152、0.00152、0.00151、0.00152、0.00151 | 0.00152 | 3.70×10-6 | 0.24 |
| 6# | 0.00184、0.00185、0.00185、0.00185、0.00186、0.00186、0.00186、0.00184、0.00186、0.00186、0.00187 | 0.00186 | 8.02×10-6 | 0.43 |
| Na | 0.0010～0.0050 | GPW-1 | 0.00117、0.00114、0.00111、0.00111、0.00110、0.00112、0.00112、0.00111、0.00112、0.00111、0.00109 | 0.00112 | 2.01×10-5 | 1.79 |
| GPW-3 | 0.00183、0.00182、0.00185、0.00184、0.00180、0.00183、0.00182、0.00181、0.00186、0.00184、0.00186 | 0.00183 | 1.89×10-5 | 1.03 |
| 9# | 0.00428、0.00428、0.00426、0.00432、0.00426、0.00426、0.00426、0.00422、0.00424、0.00420、0.00420、 | 0.00425 | 3.61×10-5 | 0.85 |
| 0.0050～0.010 | GPW-2 | 0.00592、0.00582、0.00586、0.00582、0.00588、0.00590、0.00588、0.00598、0.00584、0.00588、0.00588 | 0.00588 | 4.60×10-5 | 0.78 |
| 0.010～0.050 | 6# | 0.0210、0.00212、0.0210、0.0212、0.0212、0.0214、0.0210、0.0210、0.0214、0.0216、0.0212 | 0.0212 | 0.00020 | 0.94 |
| 1# | 0.0434、0.0428、0.0430、0.0434、0.0428、0.0430、0.0432、0.0428、0.0424、0.0438、0.0432 | 0.0431 | 3.82×10-5 | 0.89 |
| Ni | 0.0003～0.050 | GPW-1 | 0.0189、0.0189、0.0188、0.0190、0.0191、0.0189、0.0190、0.0190、0.0187、0.0189、0.0189 | 0.0189 | 9.36×10-5 | 0.49 |
| GPW-2 | 0.0191、0.0189、0.0189、0.0189、0.0188、0.0189、0.0189、0.0188、0.0187、0.0187、0.0187 | 0.0188 | 0.00011 | 0.63 |
| GPW-3 | 0.0199、0.0198、0.0200、0.0200、0.0198、0.0200、0.0197、0.0197、0.0198、0.0200、0.0199 | 0.0199 | 9.81×10-5 | 0.49 |
| 1# | 0.0191、0.0191、0.0191、0.0190、0.0190、0.0190、0.0191、0.0191、0.0190、0.0191、0.0191 | 0.0191 | 4.96×10-5 | 0.26 |
| 6# | 0.0214、0.0212、0.0214、0.0214、0.0214、0.0212、0.0214、0.0214、0.0214、0.0214、0.0214 | 0.0214 | 8.09×10-5 | 0.38 |
| 9# | 0.0258、0.0256、0.0256、0.0256、0.0254、0.0256、0.0254、0.0254、0.0254、0.0254、0.0256 | 0.0255 | 0.00013 | 0.53 |
| P | 0.0002～0.0010 | GPW-3 | 0.00036、0.00034、0.00031、0.00030、0.00048、0.00052、0.00048、0.00029、0.00037、0.00036、0.00050 | 0.00039 | 8.60×10-5 | 21.93 |
| GPW-2 | 0.00041、0.00048、0.00053、0.00042、0.00054、0.00033、0.00041、0.00033、0.00038、0.00052、0.00038 | 0.00043 | 7.71×10-5 | 17.92 |
| GPW-1 | 0.00061、0.00044、0.00070、0.00059、0.00056、0.00065、0.00048、0.00056、0.00056、0.00051、0.00056 | 0.00056 | 7.35×10-5 | 13.01 |
| 9# | 0.00047、0.00052、0.00030、0.00051、0.00036、0.00053、0.00041、0.00044、0.00040、0.00048、0.00043 | 0.00044 | 7.20×10-5 | 16.3 |
| 0.0010～0.0050 | 6# | 0.00090、0.00100、0.00096、0.00087、0.00090、0.00089、0.00079、0.00076、0.00103、0.00094、0.00085 | 0.00090 | 8.07×10-5 | 8.96 |
| 1# | 0.00090、0.00092、0.00099、0.00104、0.00101、0.00101、0.00102、0.00094、0.00106、0.00096、0.00114 | 0.00100 | 8.93×10-5 | 6.94 |
| Pb | 0.0001～0.0050 | 6# | 0.00036、0.00035、0.00035、0.00036、0.00037、0.00037、0.00035、0.00035、0.00036、0.00035、0.00036 | 0.00036 | 6.16×10-6 | 1.72 |
| 1# | 0.00096、0.00097、0.00099、0.00096、0.00094、0.00098、0.00097、0.00097、0.00098、0.00097、0.00096 | 0.00097 | 1.24×10-5 | 1.28 |
| Si | 0.0060～0.010 | 9# | 0.00686、0.00656、0.00658、0.00684、0.00656、0.00654、0.00672、0.00650、0.00650、0.00668、0.00646 | 0.00662 | 0.00014 | 2.08 |
| 0.010～0.010 | GPW-2 | 0.0122、0.0125、0.0123、0.0121、0.0124、0.0123、0.0123、0.0125、0.0121、0.0121、0.0123 | 0.0123 | 0.00014 | 1.11 |
| GPW-1 | 0.0178、0.0176、0.0175、0.0177、0.0180、0.0179、0.0177、0.0180、0.0177、0.0176、0.0180 | 0.0178 | 0.00019 | 1.07 |
| GPW-3 | 0.0182、0.0182、0.0184、0.0184、0.0181、0.0182、0.0182、0.0180、0.0184、0.0183、0.0184 | 0.0183 | 0.00013 | 0.71 |
| 1# | 0.0244、0.0240、0.0240、0.0244、0.0240、0.0240、0.0242、0.0240、0.0240、0.0242、0.0240 | 0.0241 | 0.00016 | 0.68 |
| 6# | 0.0334、0.0332、0.0332、0.0336、0.0336、0.0334、0.0332、0.0334、0.0336、0.0340、0.0336 | 0.0335 | 0.00024 | 0.72 |
| Ti | 0.0001～0.0005 | 9# | 0.00026、0.00027、0.00027、0.00027、0.00027、0.00027、0.00026、0.00026、0.00026、0.00026、0.00027 | 0.00026 | 2.02×10-6 | 0.77 |
| 0.0005～0.0010 | GPW-1 | 0.00056、0.00056、0.00056、0.00056、0.00056、0.00057、0.00056、0.00056、0.00056、0.00056、0.00057 | 0.00056 | 1.87×10-6 | 0.33 |
| 1# | 0.00067、0.00066、0.00067、0.00067、0.00067、0.00067、0.00066、0.00067、0.00066、0.00067、0.00067 | 0.00067 | 1.75×10-6 | 0.26 |
| GPW-3 | 0.00081、0.00081、0.00082、0.00082、0.00082、0.00082、0.00081、0.00081、0.00081、0.00082、0.00082 | 0.00082 | 3.62×10-6 | 0.44 |
| 6# | 0.00094、0.00094、0.00094、0.00095、0.00094、0.00094、0.00094、0.00094、0.00095、0.00095、0.00094 | 0.00094 | 4.27×10-6 | 0.45 |
| 0.0010～0.0050 | GPW-2 | 0.00105、0.00105、0.00104、0.00104、0.00104、0.00105、0.00105、0.00104、0.00105、0.00104、0.00104 | 0.00105 | 2.70×10-6 | 0.26 |
| V | 0.0002～0.050 | GPW-2 | 0.0136、0.0136、0.0136、0.0136、0.0136、0.0136、0.0136、0.0136、0.0136、0.0135、0.0135 | 0.0136 | 3.50×10-5 | 0.26 |
| 9# | 0.0143、0.0143、0.0144、0.0143、0.0143、0.0143、0.0142、0.0142、0.0141、0.0141、0.0143 | 0.0143 | 8.25×10-5 | 0.58 |
| GPW-1 | 0.0185、0.0184、0.0185、0.0185、0.0185、0.0185、0.0186、0.0185、0.0185、0.0186、0.0185 | 0.0185 | 5.25×10-5 | 0.28 |
| 6# | 0.0236、0.0234、0.0234、0.0236、0.0236、0.0234、0.0234、0.0234、0.0234、0.0236、0.0234 | 0.0235 | 0.00010 | 0.43 |
| 0.050～0.10 | 1# | 0.0540、0.0542、0.0540、0.0542、0.0540、0.0542、0.0546、0.0544、0.0544、0.0540、0.0538 | 0.0542 | 0.00023 | 0.43 |
| GPW-3 | 0.0588、0.0590、0.0590、0.0590、0.0596、0.0600、0.0598、0.0598、0.0596、0.0596、0.0596 | 0.0594 | 4.08×10-5 | 0.69 |
| Zn | 0.0001～0.0010 | GPW-1 | 0.00027、0.00028、0.00027、0.00028、0.00028、0.00028、0.00027、0.00028、0.00028、0.00027、0.00028 | 0.00028 | 2.84×10-6 | 1.03 |
| GPW-2 | 0.00037、0.00036、0.00036、0.00037、0.00036、0.00036、0.00037、0.00036、0.00036、0.00036、0.00036 | 0.00036 | 2.66×10-6 | 0.73 |
| GPW-3 | 0.00039、0.00038、0.00039、0.00039、0.00038、0.00039、0.00039、0.00038、0.00039、0.00039、0.00039 | 0.00039 | 3.07×10-6 | 0.80 |
| 9# | 0.00053、0.00053、0.00053、0.00053、0.00053、0.00052、0.00053、0.00052、0.00052、0.00052、0.00052 | 0.00053 | 2.63×10-6 | 0.50 |
| 0.0010～0.0020 | 6# | 0.00102、0.00102、0.00102、0.00103、0.00103、0.00102、0.00102、0.00102、0.00103、0.00104、0.00103 | 0.00103 | 4.18×10-6 | 0.41 |
| 1# | 0.00184、0.00183、0.00183、0.00183、0.00183、0.00182、0.00182、0.00183、0.00183、0.00183、0.00183 | 0.00183 | 4.91×10-6 | 0.27 |

内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司采用本方法对验证样品中的7种元素进行测定(由于本实验室仪器检出限原因对8种痕量元素Ba、Mg、Mn、Ti、Zn、Pb、P、Cr、K无法测定，现已对7种微量元素进行分析检测），方法相对标准偏差在0.77%～4.52%之间，与主起草单位测定结果进行了比对，本方法分析结果吻合较好。结果见表15。

表15 验证样品分析结果

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 范围/% | 样品 | 测定值（n=6）/% | 平均值/% | SD/% | RSD/% |
| Al | 0.0015～0.010 | 9# | 0.00410、0.00414、0.00441、0.00402、0.00451、0.00431 | 0.00425 | 0.00019 | 4.52 |
| GPW-3 | 0.0101、0.0102、0.0100、0.0102、0.0101、0.0103 | 0.0102 | 0.00011 | 1.04 |
| 0.010～0.050 | 6# | 0.0416、0.0409、0.0431、0.0411、0.0415、0.0427 | 0.0419 | 0.0009 | 2.12 |
| 0.050～0.10 | 1# | 0.0531、0.0510、0.0508、0.0511、0.0525、0.0528、 | 0.0519 | 0.0010 | 1.98 |
| Ca | 0.0010～0.010 | GPW-3 | 0.00881、0.00872、0.00863、0.00882、0.00891、0.00872、 | 0.00877 | 0.00009 | 1.12 |
| 0.010～0.050 | 9# | 0.0119、0.0121、0.0114、0.0118、0.0117、0.0120、 | 0.0118 | 0.0002 | 2.10 |
| 1# | 0.0256、0.0264、0.0250、0.0265、0.0260、0.0247、 | 0.0257 | 0.0007 | 2.87 |
| 0.050～0.10 | 6# | 0.0552、0.0550、0.0547、0.0540、0.0547、0.0550、 | 0.0548 | 0.0004 | 0.77 |
| Fe | 0.0040～0.050 | 9# | 0.0292、0.0287、0.0280、0.0275、0.0277、0.0281 | 0.0282 | 0.0006 | 2.27 |
| GPW-3 | 0.0452、0.0449、0.0437、0.0440、0.0435、0.0432 | 0.0441 | 0.0008 | 1.81 |
| 0.050～0.10 | 1# | 0.0648、0.0647、0.0643、0.0640、0.0651、0.0655 | 0.0647 | 0.0005 | 0.83 |
| 6# | 0.0726、0.0748、0.0735、0.0737、0.0740、0.0727 | 0.0736 | 0.0008 | 1.12 |
| Na | 0.0010～0.050 | 6# | 0.0211、0.0207、0.0215、0.0208、0.0218、0.0209 | 0.0211 | 0.0004 | 2.04 |
| 1# | 0.0446、0.0443、0.0450、0.0451、0.0452、0.0439 | 0.0447 | 0.0005 | 1.14 |
| Ni | 0.0003～0.050 | GPW-3 | 0.0205、0.0200、0.0204、0.0207、0.0199、0.0203 | 0.0203 | 0.0003 | 1.49 |
| 1# | 0.0193、0.0208、0.0190、0.0188、0.0195、0.0200 | 0.0196 | 0.0007 | 3.75 |
| 6# | 0.0208、0.0233、0.0225、0.0210、0.0217、0.0211 | 0.0216 | 0.0007 | 3.31 |
| 9# | 0.0278、0.0280、0.0274、0.0275、0.0270、0.0273 | 0.0275 | 0.0004 | 1.30 |
| Si | 0.0060～0.010 | 9# | 0.00676、0.00681、0.00672、0.00647、0.00713、0.00675 | 0.00677 | 0.0002 | 3.13 |
| 0.010～0.10 | GPW-3 | 0.0183、0.0184、0.0189、0.0187、0.0179、0.0184 | 0.0184 | 0.0003 | 1.87 |
| 1# | 0.0264、0.0250、0.0255、0.0258、0.0261、0.0257 | 0.0258 | 0.0005 | 1.88 |
| 6# | 0.0352、0.0346、0.0355、0.0349、0.0357、0.0348 | 0.0351 | 0.0004 | 1.21 |
| V | 0.0002～0.050 | 9# | 0.0148、0.0151、0.0149、0.0153、0.0147、0.0150 | 0.0150 | 0.0002 | 1.44 |
| 6# | 0.0230、0.0225、0.0233、0.0227、0.0231、0.0228 | 0.0229 | 0.0003 | 1.27 |
| 0.050～0.10 | 1# | 0.0500、0.0518、0.0510、0.0509、0.0515、0.0517 | 0.0512 | 0.0007 | 1.31 |
| GPW-3 | 0.0617、0.0600、0.0612、0.0605、0.0601、0.0611 | 0.0608 | 0.0007 | 1.11 |

酒泉钢铁集团有限公司采用本方法对铝用炭素材料中的16种元素进行测定(由于本方法实验中可能因实验室水质Ca、K、Si、Na 存在污染，故不提报分析数据)，现已对Mn、Cr、Ni、 Zn、 Ba、Al、Fe、Mg、P、Ti、V、Pb等12种微量元素进行分析检测，方法相对标准偏差在0.00%～9.96%之间，与主起草单位测定结果进行了比对，本方法分析结果吻合较好。数据见表16。

表16 验证样品分析结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 编号 | 样品6次测定结果% | | | | | | AVG | SD | RSD |
| Mn | 1# | 0.00158 | 0.00158 | 0.00160 | 0.00160 | 0.00158 | 0.00160 | 0.00159 | 0.00001 | 0.6890 |
| GPW-1 | 0.00049 | 0.00050 | 0.00050 | 0.00048 | 0.00049 | 0.00049 | 0.00049 | 0.00001 | 1.5311 |
| GPW-2 | 0.00250 | 0.00250 | 0.00248 | 0.00248 | 0.00252 | 0.00250 | 0.00250 | 0.00002 | 0.6030 |
| 6# | 0.00184 | 0.00190 | 0.00192 | 0.00190 | 0.00192 | 0.00192 | 0.00190 | 0.00003 | 1.6307 |
| 8# | 0.00450 | 0.00448 | 0.00450 | 0.00440 | 0.00450 | 0.00456 | 0.00449 | 0.00005 | 1.1530 |
| 9# | 0.00030 | 0.00026 | 0.00024 | 0.00026 | 0.00026 | 0.00028 | 0.00027 | 0.00002 | 7.7460 |
| Cr | 1# | 0.00042 | 0.00042 | 0.00042 | 0.00042 | 0.0004 | 0.00042 | 0.00042 | 0.00001 | 1.9596 |
| GPW-1 | 0.0012 | 0.0012 | 0.0010 | 0.0010 | 0.0012 | 0.001 | 0.00110 | 0.00011 | 9.9586 |
| GPW-2 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.00000 | 0.00000 | / |
| 6# | 0.00082 | 0.00082 | 0.00084 | 0.0008 | 0.00082 | 0.00082 | 0.00082 | 0.00001 | 1.5426 |
| 8# | 0.00418 | 0.0042 | 0.00432 | 0.0042 | 0.00428 | 0.00428 | 0.00424 | 0.00006 | 1.3469 |
| 9# | <-0.00001 | <-0.00001 | <-0.00002 | <-0.00001 | <-0.00001 | <0.0000 | / | / | / |
| Ni | 1# | 0.0192 | 0.0192 | 0.0190 | 0.0190 | 0.0194 | 0.0192 | 0.01917 | 0.00015 | 0.7855 |
| GPW-1 | 0.0186 | 0.01872 | 0.0186 | 0.01864 | 0.01872 | 0.0187 | 0.01866 | 0.00006 | 0.2955 |
| GPW-2 | 0.01856 | 0.01878 | 0.01856 | 0.01856 | 0.01862 | 0.0186 | 0.01861 | 0.00009 | 0.4592 |
| 6# | 0.01996 | 0.02016 | 0.0202 | 0.0202 | 0.02016 | 0.02016 | 0.02014 | 0.00009 | 0.4485 |
| 8# | 0.00586 | 0.0060 | 0.00588 | 0.0060 | 0.00596 | 0.00596 | 0.00594 | 0.00006 | 1.0077 |
| 9# | 0.02466 | 0.02508 | 0.02474 | 0.02456 | 0.02486 | 0.0248 | 0.0248 | 0.00018 | 0.7243 |
| Zn | 1# | 0.00192 | 0.0019 | 0.00188 | 0.00192 | 0.00192 | 0.0019 | 0.00191 | 0.00002 | 0.8565 |
| GPW-1 | 0.00016 | 0.00014 | 0.00016 | 0.00016 | 0.00016 | 0.00016 | 0.00016 | 0.00001 | 5.2117 |
| GPW-2 | 0.00026 | 0.00024 | 0.00026 | 0.00024 | 0.00026 | 0.00024 | 0.00025 | 0.00001 | 4.3818 |
| 6# | 0.001 | 0.00084 | 0.00088 | 0.0009 | 0.0009 | 0.00088 | 0.00090 | 0.00005 | 5.9628 |
| 8# | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | <0.0000 | <0.0000 | 0.00000 | 0.00000 | #DIV/0! |
| 9# | 0.00042 | 0.00042 | 0.00042 | 0.00042 | 0.00042 | 0.0004 | 0.00042 | 0.00001 | 1.9596 |
| Ba | 1# | 0.00072 | 0.00072 | 0.00072 | 0.0007 | 0.00072 | 0.00072 | 0.00072 | 0.00001 | 1.1393 |
| GPW-1 | 0.00056 | 0.00056 | 0.00056 | 0.00056 | 0.00056 | 0.00054 | 0.00056 | 0.00001 | 1.4668 |
| GPW-2 | 0.00076 | 0.00076 | 0.00076 | 0.00076 | 0.00076 | 0.00074 | 0.00076 | 0.00001 | 1.0791 |
| 6# | 0.00074 | 0.00072 | 0.00072 | 0.00072 | 0.00074 | 0.00074 | 0.00073 | 0.00001 | 1.5006 |
| 8# | 0.00024 | 0.00024 | 0.00024 | 0.00024 | 0.00024 | 0.00024 | 0.00024 | 0.00000 | 0.0000 |
| 9# | 0.00058 | 0.0006 | 0.0006 | 0.0006 | 0.0006 | 0.00058 | 0.00059 | 0.00001 | 1.7407 |
| Al | 1# | 0.05322 | 0.05304 | 0.05228 | 0.05176 | 0.05200 | 0.05160 | 0.05232 | 0.00067 | 1.2863 |
| GPW-1 | 0.00788 | 0.0076 | 0.00774 | 0.0078 | 0.00776 | 0.00784 | 0.00777 | 0.00010 | 1.2584 |
| GPW-2 | 0.05756 | 0.05728 | 0.05736 | 0.05726 | 0.05732 | 0.05728 | 0.05734 | 0.00011 | 0.1953 |
| 6# | 0.04472 | 0.0442 | 0.04406 | 0.04408 | 0.04408 | 0.04436 | 0.04425 | 0.00026 | 0.5800 |
| 8# | 0.08388 | 0.0803 | 0.08326 | 0.08158 | 0.08104 | 0.08304 | 0.0822 | 0.00141 | 1.7199 |
| 9# | 0.00378 | 0.00384 | 0.00392 | 0.00384 | 0.0038 | 0.00384 | 0.00384 | 0.00005 | 1.2518 |
| \*Ca | 1# | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| GPW-1 | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| GPW-2 | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| 6# | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| 8# | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| 9# | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| Fe | 1# | 0.06612 | 0.06622 | 0.06482 | 0.06602 | 0.06462 | 0.06472 | 0.06542 | 0.00077 | 1.1801 |
| GPW-1 | 0.01976 | 0.0200 | 0.02006 | 0.01984 | 0.01972 | 0.01972 | 0.01985 | 0.00015 | 0.7425 |
| GPW-2 | 0.0127 | 0.01252 | 0.01244 | 0.01252 | 0.01264 | 0.0126 | 0.01257 | 0.00009 | 0.7514 |
| 6# | 0.07056 | 0.07092 | 0.0718 | 0.07104 | 0.07088 | 0.0716 | 0.07113 | 0.00047 | 0.6622 |
| 8# | 0.01264 | 0.01326 | 0.01304 | 0.0126 | 0.01284 | 0.01256 | 0.0128 | 0.00028 | 2.1800 |
| 9# | 0.0272 | 0.02724 | 0.02652 | 0.02728 | 0.0276 | 0.02684 | 0.0271 | 0.00038 | 1.3946 |
| \*K | 1# | 0.00264 | 0.00256 | 0.00264 | 0.00264 | 0.0026 | 0.00258 | 0.00261 | 0.00004 | 1.3492 |
| GPW-1 | 0.00116 | 0.00118 | 0.00114 | 0.00116 | 0.00116 | 0.00116 | 0.00116 | 0.00001 | 1.0904 |
| GPW-2 | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| 6# | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| 8# | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| 9# | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| Mg | 1# | 0.00398 | 0.00384 | 0.00398 | 0.00392 | 0.00398 | 0.00392 | 0.00394 | 0.00006 | 1.4159 |
| GPW-1 | 0.00118 | 0.00116 | 0.00116 | 0.00116 | 0.00116 | 0.00116 | 0.00116 | 0.00001 | 0.7019 |
| GPW-2 | 0.00244 | 0.00238 | 0.00238 | 0.00238 | 0.00236 | 0.00236 | 0.00238 | 0.00003 | 1.2352 |
| 6# | 0.00404 | 0.00406 | 0.00406 | 0.00406 | 0.00404 | 0.00404 | 0.00405 | 0.00001 | 0.2705 |
| 8# | 0.0009 | 0.00092 | 0.00092 | 0.00092 | 0.00092 | 0.00092 | 0.00092 | 0.00001 | 0.8907 |
| 9# | 0.00152 | 0.00154 | 0.00152 | 0.00154 | 0.00152 | 0.00154 | 0.00153 | 0.00001 | 0.7160 |
| P | 1# | 0.00116 | 0.00104 | 0.00112 | 0.00108 | 0.00100 | 0.00104 | 0.00107 | 0.00006 | 5.4856 |
| GPW-1 | 0.00036 | 0.00036 | 0.00038 | 0.00034 | 0.00034 | 0.00036 | 0.00036 | 0.00002 | 4.2212 |
| GPW-2 | <-0.00001 | <-0.00002 | <-0.00001 | <-0.0000 | <-0.0000 | <-0.00001 | #DIV/0! | #DIV/0! | #DIV/0! |
| 6# | 0.00086 | 0.00096 | 0.0009 | 0.00088 | 0.00088 | 0.00088 | 0.00089 | 0.00004 | 3.9206 |
| 8# | 0.00076 | 0.00074 | 0.00076 | 0.00074 | 0.00076 | 0.00074 | 0.00075 | 0.00001 | 1.4606 |
| 9# | 0.00038 | 0.00032 | 0.00032 | 0.00036 | 0.00032 | 0.00034 | 0.00034 | 0.00003 | 7.4407 |
| \*Si | 1# | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| GPW-1 | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| GPW-2 | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| 6# | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| 8# | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| 9# | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| \*Na | 1# | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| GPW-1 | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| GPW-2 | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| 6# | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| 8# | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| 9# | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| Ti | 1# | 0.00074 | 0.00072 | 0.00074 | 0.00072 | 0.00072 | 0.00074 | 0.00073 | 0.00001 | 1.5006 |
| GPW-1 | 0.0006 | 0.00064 | 0.00064 | 0.00062 | 0.00064 | 0.00062 | 0.00063 | 0.00002 | 2.6058 |
| GPW-2 | 0.00104 | 0.00104 | 0.00108 | 0.00108 | 0.00108 | 0.00108 | 0.00107 | 0.00002 | 1.9365 |
| 6# | 0.00094 | 0.00096 | 0.00098 | 0.00098 | 0.00098 | 0.00096 | 0.00097 | 0.00002 | 1.6893 |
| 8# | 0.00278 | 0.0026 | 0.0027 | 0.00268 | 0.00272 | 0.00264 | 0.00269 | 0.00006 | 2.3383 |
| 9# | 0.0003 | 0.00032 | 0.00032 | 0.00032 | 0.0003 | 0.0003 | 0.00031 | 0.00001 | 3.5337 |
| V | 1# | 0.05164 | 0.05166 | 0.05138 | 0.05044 | 0.05138 | 0.05048 | 0.05116 | 0.00056 | 1.0910 |
| GPW-1 | 0.01784 | 0.01812 | 0.01812 | 0.0181 | 0.01812 | 0.0181 | 0.01807 | 0.00011 | 0.6170 |
| GPW-2 | 0.01276 | 0.0129 | 0.01294 | 0.01288 | 0.01292 | 0.01286 | 0.01288 | 0.00006 | 0.4952 |
| 6# | 0.02192 | 0.02178 | 0.02212 | 0.02198 | 0.02192 | 0.02184 | 0.0219 | 0.00012 | 0.5370 |
| 8# | 0.00464 | 0.00464 | 0.00466 | 0.00466 | 0.00466 | 0.00466 | 0.00465 | 0.00001 | 0.2219 |
| 9# | 0.01366 | 0.01372 | 0.01348 | 0.01372 | 0.01368 | 0.0137 | 0.0137 | 0.00009 | 0.6677 |
| Pb | 1# | 0.00052 | 0.0006 | 0.00056 | 0.00056 | 0.00056 | 0.00056 | 0.00056 | 0.00003 | 4.5175 |
| GPW-1 | <0.00001 | <-0.00001 | <0.0000 | <0.00001 | <-0.0000 | 0.00001 | 0.00001 | / | / |
| GPW-2 | <0.00001 | <0.0000 | <-0.00001 | <0.00001 | <-0.00001 | 0.00001 | 0.00001 | / | / |
| 6# | <0.00001 | <0.0000 | <-0.00001 | <0.00001 | -0.00001 | 0.00001 | 0.00000 | / | / |
| 8# | 0.0025 | 0.00248 | 0.00252 | 0.00248 | 0.00248 | 0.0025 | 0.00249 | 0.00002 | 0.6549 |
| 9# | <-0.00001 | <0.0000 | <-0.00001 | <0.00001 | <-0.00001 | 0.00001 | 0.00001 | / | / |

各单位验证数据见复验报告，复验数据汇总见表17。各单位相关数据根据GB/T 6379.2进行分析，统计出该方法的重复性限和再现性限，见表18和19。

表17 炭素材料验证样品中16种元素含量的测定数据汇总（%）

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 范围/% | 样品 | 中铝研究院 | | 昆明冶金研究院 | | 南山铝业 | | 国标 | | 岛津 | | 霍煤鸿骏 | | 酒钢集团 | |
| 平均值/% | SD/% | 平均值/% | SD/% | 平均值/% | SD/% | 平均值/% | SD/% | 平均值/% | SD/% | 平均值/% | SD/% | 平均值/% | SD/% |
| Al | 0.0015～0.010 | 9# | 0.00394 | 0.00021 | 0.00400 | 0.00023 | 0.00387 | 0.00022 | 0.00440 | 0.00031 | 0.00387 | 4.01×10-5 | 0.00425 | 0.00019 | 0.00384 | 0.00005 |
| 0.010～0.050 | 6# | 0.0422 | 0.00071 | 0.0427 | 0.00098 | 0.0418 | 0.00073 | 0.0423 | 0.00081 | 0.0419 | 0.00023 | 0.0419 | 0.0009 | 0.0443 | 0.00026 |
| 0.050～0.10 | 1# | 0.0515 | 0.0011 | 0.0521 | 0.0012 | 0.0514 | 0.0012 | 0.0516 | 0.00053 | 0.0527 | 0.00064 | 0.0519 | 0.001 | 0.0523 | 0.00067 |
| Ba | 0.0001～0.0005 | GPW-3 | 0.00018 | 1.29×10-5 | 0.00019 | 1.34×10-5 | 0.00016 | 1.84×10-5 | / | / | 0.00019 | 9.82×10-7 | / | / | / | / |
| 0.0005～0.0065 | 1# | 0.00075 | 4.18×10-5 | 0.00077 | 2.82×10-5 | 0.00078 | 5.76×10-5 | 0.00075 | 0.00003 | 0.00079 | 2.94×10-6 | / | / | 0.00072 | 0.00001 |
| Ca | 0.0010～0.010 | GPW-3 | 0.00849 | 0.0001 | 0.00834 | 0.0002 | 0.00920 | 0.00028 | / | / | 0.00848 | 7.75×10-5 | 0.00877 | 0.00009 | / | / |
| 0.010～0.050 | 1# | 0.0263 | 0.00037 | 0.0262 | 0.0007 | 0.0279 | 0.0011 | 0.0276 | 0.00034 | 0.0284 | 8.94×10-5 | 0.0257 | 0.0007 | / | / |
| 0.050～0.10 | 6# | 0.0539 | 0.0006 | 0.0528 | 0.0012 | 0.0571 | 0.0012 | 0.0555 | 0.00035 | 0.0567 | 0.00013 | 0.0548 | 0.0004 | / | / |
| Cr | 0.0001～0.0005 | GPW-1 | 0.00024 | 2.46×10-5 | / | / | 0.00027 | 2.34×10-5 | 0.00022 | 8.46×10-66 | 0.00024 | 9.34×10-7 | / | / | / | / |
| 0.0005～0.0050 | 6# | 0.00094 | 4.06×10-5 | 0.00094 | 3.72×10-5 | 0.00101 | 0.00012 | 0.00100 | 2.00×10-5 | 0.00090 | 8.31×10-6 | / | / | 0.00082 | 0.00001 |
| Fe | 0.0040～0.020 | GPW-2 | 0.0128 | 0.00052 | / | / | 0.0139 | 0.00049 | 0.0136 | 0.00018 | 0.0120 | 3.52×10-5 | / | / | 0.0126 | 0.00009 |
| 0.020～0.050 | 9# | 0.0277 | 0.00079 | 0.0263 | 0.0011 | 0.0284 | 0.00075 | 0.0309 | 0.00051 | 0.0267 | 0.00021 | 0.0282 | 0.0006 | 0.0271 | 0.00038 |
| 0.050～0.10 | 6# | 0.0720 | 0.0014 | 0.0718 | 0.0028 | 0.0737 | 0.0012 | 0.0770 | 0.00073 | 0.0774 | 0.0002 | 0.0736 | 0.0008 | 0.0711 | 0.00047 |
| K | 0.0005～0.0050 | 9# | 0.00054 | 4.32×10-5 | 0.00059 | 4.74×10-5 | 0.00064 | 8.79×10-5 | 0.00058 | 5.96×10-5 | 0.00059 | 1.08×10-5 | / | / | / | / |
| 0.0050～0.010 | 1# | 0.00638 | 0.00017 | 0.00721 | 0.00034 | 0.00581 | 0.00045 | 0.00689 | 0.00008 | 0.00678 | 7.09×10-5 | / | / | 0.00261 | 0.00004 |
| Mg | 0.0005～0.0050 | 6# | 0.00437 | 0.00013 | 0.00450 | 0.00018 | 0.00444 | 0.00011 | 0.00477 | 0.00006 | 0.00430 | 3.67×10-5 | / | / | / | / |
| 9# | 0.00153 | 9.50×10-5 | 0.00150 | 2.23×10-5 | 0.00139 | 8.58×10-5 | 0.00148 | 0.00004 | 0.00116 | 1.43×10-5 |  |  | 0.00153 | 0.00001 |
| Mn | 0.0001～0.0005 | 9# | 0.00026 | 2.77×10-5 | 0.00026 | 2.27×10-5 | 0.00027 | 4.82×10-5 | 0.00028 | 0.00003 | 0.00024 | 9.04×10-6 | / | / | 0.00027 | 0.00002 |
| 0.0005～0.0050 | 6# | 0.00190 | 7.95×10-5 | 0.00189 | 5.16×10-5 | 0.00181 | 8.29×10-5 | 0.00195 | 0.00004 | 0.00186 | 8.02×10-6 | / | / | 0.00190 | 0.00003 |
| Na | 0.0010～0.0050 | GPW-1 | 0.00119 | 0.00019 | / | / | 0.00119 | 0.0002 | 0.00094 | 0.00001 | 0.00112 | 2.01×10-5 | / | / | / | / |
| 0.0050～0.010 | GPW-2 | 0.00583 | 0.00024 | / | / | 0.00579 | 0.00041 | 0.00556 | 0.00014 | 0.00588 | 4.60×10-5 | / | / | / | / |
| 0.010～0.050 | 1# | 0.0440 | 0.00041 | 0.0447 | 0.0023 | 0.0427 | 0.00067 | 0.0430 | 0.00053 | 0.0431 | 3.82×10-5 | 0.0447 | 0.0005 | / | / |
| Ni | 0.0003～0.010 | 1# | 0.0198 | 0.00024 | 0.0196 | 0.00063 | 0.0211 | 0.00049 | 0.0199 | 0.00028 | 0.0191 | 4.96×10-5 | 0.0196 | 0.0007 | 0.0192 | 0.00015 |
| 0.010～0.050 | 9# | 0.0267 | 0.00026 | 0.0253 | 0.0013 | 0.0285 | 0.00077 | 0.0240 | 0.0004 | 0.0255 | 0.00013 | 0.0275 | 0.0004 | 0.0248 | 0.00018 |
| P | 0.0002～0.0010 | GPW-3 | 0.00031 | 3.26×10-5 | 0.00032 | 1.29×10-5 | 0.00034 | 4.63×10-5 | / | / | 0.00039 | 8.60×10-5 | / | / | / | / |
| 0.0010～0.0050 | 1# | 0.00105 | 5.75×10-5 | 0.00112 | 1.35×10-5 | 0.00130 | 7.78×10-5 | 0.00141 | 0.0001 | 0.00100 | 8.93×10-5 | / | / | / | / |
| Pb | 0.0001～0.0005 | 6# | 0.00034 | 5.16×10-5 | 0.00033 | 3.31×10-5 | 0.00033 | 3.93×10-5 | 0.00032 | 0.00004 | 0.00036 | 6.16×10-6 | / | / | / | / |
| 0.0005～0.0050 | 1# | 0.00094 | 3.27×10-5 | 0.00096 | 5.55×10-5 | 0.00088 | 3.63×10-5 | 0.00090 | 0.00004 | 0.00097 | 1.24×10-5 | / | / | / | / |
| Si | 0.0060～0.010 | 9# | 0.00731 | 0.00041 | 0.00736 | 0.00022 | 0.00784 | 0.00021 | 0.00705 | 0.00051 | 0.00662 | 0.00014 | 0.00677 | 0.0002 | / | / |
| 0.010～0.10 | 6# | 0.0363 | 0.00084 | 0.0364 | 0.00082 | 0.0391 | 0.00051 | 0.0372 | 0.00045 | 0.0335 | 0.00024 | 0.0351 | 0.0004 | / | / |
| Ti | 0.0001～0.0005 | 9# | 0.00025 | 2.46×10-5 | 0.00028 | 7.87×10-6 | 0.00029 | 3.04×10-5 | 0.00021 | 0.00002 | 0.00026 | 2.02×10-6 | / | / | 0.00031 | 0.00001 |
| 0.0005～0.0010 | 1# | 0.00067 | 4.30×10-5 | 0.00071 | 2.16×10-5 | 0.00066 | 4.96×10-5 | 0.00066 | 0.00002 | 0.00067 | 1.75×10-6 | / | / | 0.00073 | 0.00001 |
| 0.0010～0.0050 | GPW-2 | 0.00107 | 0.0001 | / | / | 0.00106 | 0.00012 | 0.00099 | 0.00001 | 0.00105 | 2.70×10-6 | / | / | 0.00107 | 0.00002 |
| V | 0.0002～0.050 | 9# | 0.0143 | 0.00025 | 0.0136 | 0.00033 | 0.0139 | 0.00029 | 0.0143 | 0.00025 | 0.0143 | 8.25×10-5 | 0.0150 | 0.0002 | 0.0137 | 0.00009 |
| 0.050～0.10 | 1# | 0.0521 | 0.0012 | 0.0495 | 0.00085 | 0.0520 | 0.0015 | 0.0522 | 0.00056 | 0.0542 | 0.00023 | 0.0512 | 0.0007 | 0.0512 | 0.00056 |
| Zn | 0.0001～0.0010 | 9# | 0.00056 | 4.54×10-5 | 0.00046 | 5.13×10-5 | 0.00059 | 3.99×10-5 | 0.00043 | 0.00002 | 0.00053 | 2.63×10-6 | / | / | 0.00042 | 0.00001 |
| 0.0010～0.0050 | 1# | 0.00196 | 6.62×10-5 | 0.00196 | 0.00013 | 0.00220 | 0.0000123 | 0.00191 | 0.00005 | 0.00183 | 4.91×10-6 | / | / | 0.00191 | 0.00002 |

表18 重复性限

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 元素 | *ω*/% | *r*/% |
| Al | 0.0040 | 0.0006 |
| 0.042 | 0.002 |
| 0.052 | 0.003 |
| Ba | 0.0002 | 0.0001 |
| 0.0008 | 0.0002 |
| Ca | 0.0087 | 0.0005 |
| 0.027 | 0.002 |
| 0.055 | 0.003 |
| Cr | 0.0002 | 0.0001 |
| 0.0009 | 0.0002 |
| Fe | 0.013 | 0.003 |
| 0.028 | 0.003 |
| 0.074 | 0.004 |
| K | 0.0006 | 0.0002 |
| 0.0068 | 0.0005 |
| Mg | 0.0014 | 0.0003 |
| 0.0045 | 0.0005 |
| Mn | 0.0003 | 0.0001 |
| 0.0019 | 0.0003 |
| Na | 0.0011 | 0.0004 |
| 0.0058 | 0.0007 |
| 0.044 | 0.003 |
| Ni | 0.020 | 0.002 |
| 0.026 | 0.002 |
| P | 0.0003 | 0.0002 |
| 0.0012 | 0.0005 |
| Pb | 0.0003 | 0.0001 |
| 0.0009 | 0.0002 |
| Si | 0.0072 | 0.001 |
| 0.036 | 0.002 |
| Ti | 0.0003 | 0.0001 |
| 0.0007 | 0.0002 |
| 0.0011 | 0.0003 |
| V | 0.014 | 0.001 |
| 0.052 | 0.003 |
| Zn | 0.0005 | 0.0002 |
| 0.0020 | 0.0004 |

表19 再现性限

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 元素 | *ω*/% | *R*/% |
| Al | 0.0040 | 0.0009 |
| 0.042 | 0.003 |
| 0.052 | 0.003 |
| Ba | 0.0002 | 0.0001 |
| 0.0008 | 0.0002 |
| Ca | 0.0087 | 0.0011 |
| 0.027 | 0.004 |
| 0.055 | 0.006 |
| Cr | 0.0002 | 0.0001 |
| 0.0009 | 0.0003 |
| Fe | 0.013 | 0.003 |
| 0.028 | 0.005 |
| 0.074 | 0.009 |
| K | 0.0006 | 0.0002 |
| 0.0068 | 0.0010 |
| Mg | 0.0014 | 0.0004 |
| 0.0045 | 0.0006 |
| Mn | 0.0003 | 0.0002 |
| 0.0019 | 0.0005 |
| Na | 0.0011 | 0.0005 |
| 0.0058 | 0.0008 |
| 0.044 | 0.004 |
| Ni | 0.020 | 0.003 |
| 0.026 | 0.005 |
| P | 0.0003 | 0.0002 |
| 0.0012 | 0.0006 |
| Pb | 0.0003 | 0.0002 |
| 0.0009 | 0.0003 |
| Si | 0.0072 | 0.0015 |
| 0.036 | 0.006 |
| Ti | 0.0003 | 0.0002 |
| 0.0007 | 0.0002 |
| 0.0011 | 0.0003 |
| V | 0.014 | 0.002 |
| 0.052 | 0.005 |
| Zn | 0.0005 | 0.0003 |
| 0.0020 | 0.0005 |

四 标准中如涉及专利，应由明确的知识产权说明

无。

五 预期达到的社会效益等情况

（一）项目的必要性简述

铝用炭素是铝电解行业所必须的材料，铝用阳极被誉为铝电解槽的“心脏”。在我国铝用炭素材料中仅预焙阳极一项年生产量已经超过1500万吨。铝用炭素材料中微量元素含量直接决定了阳极材料的空气反应性、二氧化碳反应性，引起阳极掉渣、掉块以及电解能耗，灰分杂质进入电解槽后影响电解质及铝液中元素含量和分布。自2000年起，我国开始向国外出口预焙阳极，在与国际接轨的过程中，碳阳极的生产技术指标依据外商的要求在不断地进行调整，特别是预焙阳极的微量元素含量直接关系到铝的纯度和电解铝生产中电流利用效率、电能消耗、炭阳极消耗以及环境保护，已经被越来越多的国家所重视。

铝用炭素微量元素测定一般主要指石油焦、煅后石油焦、预焙阳极、沥青焦等材料，这几类物料杂质成分类别相似，含量接近。关于铝用炭素中金属元素含量的测定方法，主要有X-射线荧光光谱分析方法（XRF）和电感耦合等离子体发射光谱法（ICP-AES）。产品标准YS/T 625-2012 预焙阳极用煅后石油焦中明确规定了预焙阳极用断后石油焦中微量元素的测定方法为ICP-AES法，即YS/T 587.5-2006。

YS/T 587.5-2006 《炭阳极用煅后石油焦检测方法 第5部分：微量元素的测定》是YS/T 587炭阳极用煅后石油焦检测方法系列标准的一部分，该部分是参考ISO 14435：2005起草，距今已超过十年。该标准制定时间较早，更新频率较低，不能很好地跟随铝用碳素市场。而这段时间国内外相关产品的质量已经发生了较大的变化，且随着环保的要求，重金属铬、铅等元素测定需求直线攀升，尤其是对出口产品，该标准中检测的元素种类以及含量范围已经不能满足当前行业发展的需求；另外该标准中试样前处理方法、仪器设备条件、精密度要求已经不能很好地反映最新技术条件。

为提高煅后石油焦中元素检测的精度，更好的满足当今煅后石油焦材料检测需要，特别是出口产品，同时为满足当今环境保护检测要求，有必要对YS/T 587.5-2006《炭阳极用煅后石油焦检测方法 第5部分：微量元素的测定》进行修订。

（二）项目的可行性简述

本标准修订工作，是经过多方调研总结各方操作方法，形成可推广的操作规程，方法标准具有广泛适用性。

（三）标准的先进性、创新性、标准实施后预期产生的经济效益和社会效益

通过制定更加科学严谨的分析标准，可提高各企业对炭阳极用煅后石油焦材料中微量元素检测的准确性和质量控制水平，可进一步完善该标准在环境保护中的促进作用，从而更好的和国际市场接轨，占领国际市场，发展我国的铝工业；原标准的编辑性文本修改也将进一步增加本标准的严谨度，利于标准及相关检测技术的宣传，提高本标准在铝行业的实际应用程度。

六 采用国际标准和国外先进标准的情况

本标准的修订，参考ISO 14435：2005。

七 与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性国家标准的协调配套情况

本标准所规定的内容，完全满足国家法规要求。

八 重大分歧意见的处理经过和依据

无

九 标准性质的建议说明

该标准为推荐性行业标准

十 贯彻标准的要求和措施建议

1.本标准属于推荐性行业标准，本标准起草单位后续会组织相关培训，对标准进行解读与培训；首先参编单位可获得相应的标准文本，随后可以在全行业进行宣传贯彻。

2.给相关的第三方质量检验、质量控制部门提供文本标准资料，使其充分了解并掌握标准中的检测方法，做好示范性和推荐工作，同时在检验实践中及时发现问题，提出相关意见，不断提高修改完善，更好为铝行业发展服务。

3.建议本标准批准发布6个月后实施。

十一 废止现行相关标准的建议

在本标准发布实施之日起，代替YS/T 587.5-2006。

十二 其他应予说明的事项

无

**炭阳极用煅后焦分析方法行业标准编制小组**

**2023-07**