**镍合金化学分析方法**

**第11部分 硅锰磷铬镍铜钼钴铁铝钒钛钨和铌含量的测定 X射线荧光光谱法（常规法）**

**编制说明**

**（讨论稿）**

**酒泉钢铁集团有限责任公司**

**标准编制工作组**

**2024年9月**

《 镍合金化学分析方法 第11部分：硅、锰、磷、铬、镍、铜、钼、钴、铁、铝、钒、钛、铌和钨含量的测定 X射线荧光光谱法（常规法）》国家标准编制说明

一、工作简况

1. 任务来源

本项目是依据**国标委发[2024]32号文《国家标准化管理委员会关于下达2024年第五批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知》及有色标委(2024)84号《全国有色金属标准化技术委员会关于转发2024年第三批有色金属国家标准、团体标准制(修)订项目计划及征集起草单位的通知》，**全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）于2024年9月24日柳州召开有色金属标准工作会议进行任务落实。确定国家标准制定项目《镍合金化学分析方法 第11部分：硅、锰、磷、铬、镍、铜、钼、钴、铁、铝、钒、钛、铌和钨含量的测定 X射线荧光光谱法（常规法）》（项目计划编号：20242393-T-610）由酒泉钢铁集团有限责任公司作为第一起草单位负责标准制定工作，并同步制定标准英文版（国家标准外文版计划号：W20244517），会议要求标准起草单位严格按照标准制（修）订项目落实任务书开展标准项目工作，在标准项目计划执行中加强协调，广泛征求意见，按要求完成推荐性国家标准制修订任务及相关标准外文版的组织翻译和技术审查工作，确保标准的质量和水平，确保在2026年1月（18个月内）完成该标准项目。

1. 主要工作过程

在标准制订过程中，成立了标准编制组，确定了工作目标、计划及实施程序，落实了标准计划项目的进度安排和分工。本次制定工作过程主要包括：

2.1 查阅国内外相关标准及文献，详细调研国际镍及镍合金产品技术标准情况和国内外开展了诸多镍合金分析方法研究和标准制定工作，形成《镍基合金相关技术标准文献调研分析报告》，开展镍合金多元素含量测定—X射线荧光光谱分析技术研究，收集选取国内外镍合金标准样品，确定镍合金测定范围，开展X射线荧光光谱分析法的工作测试条件，确定了谱线重叠校正和基体效应校正，建立了校正工作曲线，形成了光谱分析方法。

2.2 为验证该检测方法的适用性和可行性，组织了预研协同实验，由酒泉钢铁（集团）有限责任公司制定预研实验方案（详见实验报告），由酒钢集团牵头，并协调5家单位参加预研实验，进行第一次共同精密度试验，并统计分析。

2.3在标准制订过程中，成立了标准编制组，在有色金属技术经济研究院有限责任公司专家的技术指导下形成了标准讨论稿草案，并开展了标准验证工作。标准修订严格按照GB/T 1.1-2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》的要求进行编写。

2.4 根据预研实验结果调整制定出最终精密度试验方案，计划于2024年9月~2025年4月进行第二次共同精密度试验，由多家单位参与协同实验验证，对检测数据进行了数理统计分析，在此基础上2025年5月完成标准征求意见预审稿。

3、主要参加单位和工作组成员及其所做的工作

本标准主要起草单位：酒泉钢铁（集团）有限责任公司、有色金属技术经济研究院有限责任公司、上海有色金属工业技术监测中心有限公司

本次标准制定工作召集了多家具有镍合金生产及研究的国内相关单位及专家参加，涉及国内权威科研院所和有色、黑色冶金行业。参与本次标准制定的主要协同试验单位单位有：钢研纳克检测技术股份有限公司、广东腐蚀科学与技术创新研究院、广东华鳌合金新材料有限公司、山西太钢不锈钢股份有限公司、金川集团股份有限公司、中国科学院沈阳金属研究所...

1. 标准化对象简要情况及制修订标准的原则
2. 标准化对象简要情况

镍合金材料具备优良的耐高温、耐腐蚀、强度高、塑性和韧性好等诸多优异的材料，已被广泛应用于航空航天、核电、新能源、船舶、石化、电子、医疗等领域，并占有特殊重要的地位。镍合金材料的优良的综合性能很大程度上取决于严格控制的合金化学成分。及时准确测定镍合金中Fe、Ni、Co、Cr、Mo、W、V、Al、Ti、Nb 等元素的含量，是镍合金材料研发、生产工艺质量精准控制的关键所在。镍合金化学分析方法国际标准已经发布数十年，采标ISO镍及镍合金相关国标项目正在开展中，总体上仍以湿法化学分析为主，操作比较繁琐，效率低、速度慢，难以满足我国镍合金生产产品质量实时控制要求和产品质量互认需要，与国外镍合金标准相比，亟待进行镍合金现代检测技术标准的完善。X射线荧光光谱法(XRF)作为作为一种先进、成熟现代仪器分析方法，该方法不仅具备制样方法简单，元素分析范围覆盖广，同时具备高灵敏度，高精度、重现性好，高度自动化，可以对多元素同时准确、快速测定等特点，尤其是高含量重金属元素的检测精度相对其他分析方法具有显著优势，可以弥补目前我国镍合金检验标准手工单一检测、操作繁琐、速度慢、痕量检测能力不足等问题，满足镍及镍合金行业新材料新技术发展需求，实现工艺开发和过程控制过程快速精确及时控制合金元素成分的要求。填补我国在镍合金中多元素含量快速、无损测定化学分析方法的空白，为我国镍合金产业提供技术支撑。

1. 制订标准的原则

（1）本文件严格按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》、GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第 4 部分：试验方法标准》、GB/T 6379.2-2004《测量方法与结果的准确度》的要求进行编制。

**（2）**通过充分调研，综合考虑镍及镍合金产品国内研发生产实际技术能力与经济、社会效益。根据镍及镍合金产品国家标准，确定测定方法和测定范围，提高了本标准的适用性。注重标准自主制定与技术创新，助力镍及镍合金产业高质量发展，本着先进性、科学性、合理性和可操作性以及标准规范适用、协调一致、持续完善的原则来进行本标准的制定工作。

1. 国际先进标准及采用情况介绍

镍合金检验的ISO 国际标准有14个：主要以单元素传统手工化学检测技术为主：其中原子吸收法5个，分光光度法4个，ICP-AES 2个、滴定1个、红外1个、离子交换法1个，涉及16个元素，尚无ICP-MS、XRF、OES多元素同时测定的现代检测技术，仍待补充以适应实际镍合金现代生产和检验需求。近年来ISO越来越注重推进仪器分析方法标准（常规法）的制定，尤其是实用性较强的多元素联测，不要求基准物质，而是用CRM认证标准物质来校准仪器，制作工作曲线，既保证了测量结果的溯源性，又有操作简便易推广的特点。

镍合金检验的美国ASTM 标准数量为9个，其镍合金检测标准体系相对齐全，检测方法对检测元素和范围全面涵盖。其中经典化学分析法有原子吸收法6个，分光光度法7个、滴定3个、红外2个、离子交换法1个、重量法7个，多元素同时测定的，准确、快捷的现代仪器分析方法有ICP-AES方法1个、ICP-MS方法1个、AES方法1个，XRF方法1个。其中ASTM E 2465-2019 《用X射线荧光光谱测定法分析镍基合金的试验方法X射线荧光光谱法》局限于镍合金品种范围，关键检测技术等分析方法技术条款不明确。

本标准中未直接采用美国ASTM标准，仅参考了该标准元素分析范围和试验数据统计的一些做法。本标准对镍合金适应产品标准范围、取样和制样分析条件、校正方法、精密度和偏差等内容进行自主制定，试验验证，以保证该标准与国际标准接轨，以及标准的先进性、科学性、合理性和可操作性。

三、主要内容说明

1、 范围

本文件规定了用X射线荧光光谱法测定硅、锰、磷、铬、镍、铜、钼、钴、铁、铝、钒、钛、钨和铌的含量。

本文件适用于镍合金样品的分析。可以同时测定其中的14种元素，各元素的适用范围和测定范围见表1。

表1各元素的测定范围(待精密度试验最终确定）

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 元素 | 适用范围（质量分数）% | 定量范围（质量分数）% |
| Si | 0.020～4.0 | 0.02～3.6 |
| Mn | 0.005～5.4 | 0.050～5.4 |
| P | 0.0010～0.50 | 0.0050～0.040 |
| Cr | 0.050～30.0 | 1.00～23.0 |
| Ni | 20.00～100.0 | 20.00～99.6 |
| Cu | 0.0050～42.0 | 0.060～33.0 |
| Mo | 0.0030～32.0 | 0.03～27.9 |
| Co | 0.010～22.00 | 0.060～18.0 |
| Al | 0.010～4.90 | 0.080～4.90 |
| Fe | 0.050～60.0 | 0.5～54.0 |
| Ti | 0.010～5.00 | 0.020～3.50 |
| V | 0.0010～1.00 | 0.015～1.00 |
| Nb | 0.010～6.00 | 0.050～5.00 |
| W | 0.010～10.00 | 0.06～6.90 |
| 注1：测定范围为经过精密度实验验证的各元素定量范围，适用范围为仪器检测能力能够满足，并通过使用合适的标准物质/标准样品可进行扩展的元素含量范围。 | | |

2、方法原理

样品表面制备成洁净、平整的分析面，用X射线管发射的初级X射线照射激发分析样品，产生的次级X射线通过晶体色散后，探测器测量选择元素的特征波长对应的强度，根据未知试样的谱线强度值，从标准物质/标准样品制作的校正曲线计算得出未知试样的元素含量。还可通过测量相近的标准物质/标准样品获得结果，采用“接近技术法”计算得出未知试样的元素含量。

四、主要试验验证情况及结果的分析报告（详见附件1：实验报告）

1.主要实验设备功能配置及材料选择。基于镍基合金样品特性，同时为保证同一批标准样品制备条件一致性，统一规定调试并设置完全一致的制备参数。X射线荧光光谱仪初步选定主流品牌（荷兰帕纳科、美国赛默飞世尔、德国布鲁克、日本理学）的仪器开展了此次项目实验。X射线荧光光谱仪配置为顺序式或同时式波长色散光谱仪，必须装备真空或氦气冲洗装置来测量原子序数 20(钙) 及以下的元素。其分析精度和稳定性应达到并满足镍基合金材料实验要求。 计算机系统应配备合适的软件包，能够根据测量强度计算出各元素的含量。实验以用基本参数法为主，结合理论影响系数法进行基体效应校正。

2.样品制样条件和参数试验、X荧光光谱仪测量参数和测量条件实验。根据镍基合金试样的种类及特点，分析元素、共存元素及其含量变化范围，按照X射线荧光光谱仪器的技术说明书，选择适合的测量条件，包括元素谱线、晶体、准直器、探测器、滤光片、管电流、管电压、脉冲高度分布、测量时间等。 实验确定各元素的峰位角和脉冲高度分布，角度的校正取决于待测元素所选谱线和晶体，在可能情况下，所选谱线应避免其他元素谱线干扰，可通过准直器、晶体选择予以避免，脉冲高度分析器处理探测器给出的电脉冲信号时，需要处理好高含量Cr，Ni、Mn、Mo元素和高次线逃逸峰、晶体荧光。

3.对不同型号的X荧光光谱仪校准模型的实验和校准。通过实验研究确定测试条件，汇编光谱工作程序，主要通过消除光谱干扰和基体效应，进行不同镍基合金基体校正，将涉及 ASME SB127 标准，ASME SB168及国标GB系列耐蚀合金标准、高温合金标准、精密合金标准以及耐磨和形状记忆合金标准相似基体拟合在一个分析程序中，用于测定镍基合金系列中多个元素。通过基本参数法和理论系数法的结合应用，不同镍基合金基体的拟合性、按照不同型号的X荧光光谱仪软件设定的X射线荧光光谱仪测量条件，测量标准物质各分析元素的X射线荧光特征谱线强度，测量覆盖所需质量分数范围的一系列标准物质，为每个待测元素建立一条分析曲线，每个待测元素使用至少三个标准物质。对于镍基合金元素间存在吸收增强效应（基体效应），可以使用基本参数法、理论影响系数法，或者是两者结合的方法进行基体校正，基本参数法与影响系数法结合的校正模式校正镍基合金元素间吸收增强效应。

4.精密度试验及准确度试验 由酒钢集团牵头，共6家单位参加预研实验，涉及国内主要镍基合金研究相关科研院所和冶金工艺应用单位，本次试验使用了43块具有不同水平的国际和国内标准物质，均为CRM样品，根据 《GB/T 6379.2-2004 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分》进行设计共同精密度试验，目的在于确定《镍基合金 多元素含量的测定 X射线荧光光谱分析法（常规法）》国家标准的重复性限r、再现性限R的数值。准确度试验可通过有证参考物质CRM用来确定该测试方法的偏差。本方法的共同精密度试验对14个元素（硅、锰、磷、铬、镍、铜、钼、钴、铁、铝、钒、钛、钨和铌）的14～19个含量水平进行测定，试验方案采用基本参数法或理论影响系数法，用X-射线荧光光谱仪测量待测样品中分析元素的荧光强度，依据校准曲线，计算出各元素的质量分数。6个实验室不同型号仪器的验证数据表明，方法较现有ASTM等国外仪器分析标准的准确度精密度明显提高，与国际标准ISO化学分析方法、国家标准直读光谱法进行比对，多元素的重复性限r、再现性限R优于国际标准ISO化学分析方法和国家标准直读光谱法。

五、预期达到的社会效益、对产业发展的作用等情况

通过本文件的制定和实施，将促进镍合金检测技术的进步，与国际先进标准接轨，助力镍合金行业新材料新技术发展需求，增强产品的国内外市场竞争力，同时为推进产业结构调整与优化升级创造条件，为我国镍合金产业高质量发展提供技术支撑。

六、与有关的法律、法规和强制性标准的关系

本标准符合我国现行的方针、政策、法律和法规的规定。

七、对征求意见及重大分歧意见的处理经过和依据

在召开标准讨论会议时，对各专家提出的修订意见，无论意见大小，直接在会议上讨论，确定最终修改草案。对于会后专家通过邮件等方式提出的修订意见，由工作组收集至下一次评审会议上提出，由专家讨论，确定修改意见。

八、标准水平建议，预期的社会经济效果

（1）标准水平建议：本标准及内容代表了当前镍合金X射线荧光光谱分析方法的最新技术，达到了国际先进的水平。

（2）预期社会经济效果：针对我国诸多品种的镍合金研发生产，制定适合我国的XRF分析方法标准，为我国镍合金提供更多技术标准手段。本标准作为镍合金X射线荧光光谱分析方法的方法标准，对镍合金X射线荧光光谱分析方法进行规范化、标准化，有效推进我国镍合金生产工艺质量精准控制，同时提高我国资源稀缺贵重金属的高效利用，满足我国镍合金生产产品质量实时控制要求和产品质量互认需要。

九、贯彻标准的要求和措施建议

一般情况下，建议本标准批准发布6个月后实施。

十、废止或代替现行相关标准的建议

无。

十一、重要内容的解释和其它应予说明的事项

无。

附件1：实验报告

镍合金多元素含量的测定—X射线荧光光谱分析法（常规法）

实验报告

**1 简介**

1.1 试验单位

本次精密度实验由酒钢集团牵头，共6家单位参加预研实验：

1. 酒泉钢铁（集团）有限责任公司
2. 上海有色金属工业技术监测中心有限公司
3. 广州腐蚀科学与技术创新研究院
4. 广东华鳌合金新材料有限公司
5. 钢研纳克检测技术股份有限公司
6. 中国科学院金属研究所

1.2 实验仪器

本次试验共4家仪器厂家的XRF仪器参与了此次的精密度试验，见下表1

表1 参与精密度试验仪器类型

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **仪器厂家（产地）** | **中文名称** | **仪器型号** |
| MalvernPANalytical（荷兰） | 马尔文帕纳科 | PW4400/PW5400 |
| ThermoFisher（瑞士） | 赛默飞世尔 | Perform`X/9900 |
| Bruker（德国） | 布鲁克 | S8 TIGER |
| Rigaku（日本） | 理学株式会社 | ZSX Primus/Simultix14 |

**2 精密度实验方案：**

本次共同精密度试验是根据 《GB/T 6379.2-2004 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分》进行设计的，目的在于确定《镍基合金 多元素含量的测定 X射线荧光光谱分析法（常规法）》国家标准的重复性限r、再现性限R的数值。

本方法的共同精密度试验由6家实验室,4个不同仪器厂家不同型号XRF光谱仪对14个元素（硅、锰、磷、铬、镍、铜、钼、钴、铁、铝、钒、钛、钨和铌）的14～19个含量水平进行测定，试验方案采用基本参数法或接近技术法，用X-射线荧光光谱仪测量待测样品中分析元素的荧光强度，依据校准曲线，计算出各元素的质量分数。本次精密度试验采用基本参数法XRF为主测定镍基合金样品，使用一组工作曲线，既可以满足非常广泛的浓度范围和不同类型的样品中能够进行准确的分析。还可以在标准品所规定的浓度范围之外进行准确的分析，对于相同或相似钢种，可以同时测量已知含量的标样和未知含量试样，对未知样品含量进行标准样品溯源和修正计算；由于本文件是常规方法，假定大多数用户已将其仪器针对各种典型种类的镍合金建立了校准曲线，覆盖了较宽的含量范围。使用了43块具有不同水平的标准测试样品，均为CRM样品，当样品含量超过校准范围，但仍在适用范围内时，应注意确保检测器不会由于高强度而溢出，否则应重新校准覆盖此范围。所用控制样品a01-a24及测试样品b01-b19的化学组成以％(质量分数）给出见附表1、附表2。

2.1 制样

本次的精密度样品统一确定使用砂带自动制备（研磨设备采用德国HERZOG自动磨样机：HB3000砂带研磨机，砂带粒度100目）的处理方法进行统一样品制备。根据制样后的样品光强精度测试数据及元素的工作曲线拟合程度，同时为保证同一批标准样品完成所有参与单位的精密度试验。

2.2 设备准备工作

精密度试验前，X-射线光谱仪在测量之前应按不同型号仪器说明书的要求，满足仪器的最佳工作条件，光学系统开机和P10气开气保持在24小时以上。开始检测前，4小时以上进行稳定，同时做标准化或漂移校正工作。

2.3 校准

使用仪器测量条件，建立校准工作曲线（分析曲线），使用覆盖测量范围的系列参考物质（控制样品a01-a24），本实验标准物质为每个元素使用不少于3个参考物质，为每个元素建立一条工作曲线，并进行光谱干扰和重叠校正，完成校准工作。

2.4标准化（或漂移校正）

测量前，需要确认仪器是否存在漂移，当仪器气体更换、状态发生变化，即光谱仪发生漂移时，需要使用标准化程序（或漂移校正程序）校正仪器漂移，标准化校正频率与实验室过程控制一致（依据仪器SPC样品进行仪器状态变化过程控制）

2.5样品测试方法

2.5.1用X-射线荧光光谱仪测量待测样品中分析元素的荧光强度，依据校准曲线，计算出各元素的质量分数。

2.5.2为了评估原始校准方法的精度和准确度，测试样品不可使用“接近技术”，但对于不测定的碳C、氮N、硼B等元素总含量超过0.05%，可设置手动录入对待测样品不测定的含量进行修正计算，手动输入成分见附表3中。用于减少归一化计算权重带来的不确定度。

2.6 精密度和准确度试验

2.6.1精密度验证

分别对不同含量水平的镍合金样品进行3次平行测定，分析结果见表1～表14。

**表1 硅含量分析结果 %（m/m）**

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 水平（编号） | 1次 | 2次 | 3次 | 平均值 | 标准偏差S |
| NiA BS 191 | 3.347 | 3.344 | 3.346 | 3.346 | 0.002 |
| NiA YSBS 35504 | 1.018 | 1.023 | 1.027 | 1.023 | 0.005 |
| NiA YSBS 11364-660 | 0.646 | 0.645 | 0.648 | 0.646 | 0.002 |
| NiA IARM NiX-18 | 0.470 | 0.473 | 0.470 | 0.471 | 0.002 |
| NiA BS 400D | 0.172 | 0.169 | 0.170 | 0.170 | 0.002 |
| NiA BS 200-4 | 0.126 | 0.126 | 0.125 | 0.126 | 0.001 |
| NiA BS 750C | 0.069 | 0.069 | 0.070 | 0.069 | 0.001 |
| NiA BS H2E | 0.038 | 0.039 | 0.038 | 0.038 | 0.001 |

**表2 锰含量分析结果 %（m/m）**

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 水平（编号） | 1次 | 2次 | 3次 | 平均值 | 标准偏差S |
| NiA BS 191 | 5.609 | 5.61 | 5.614 | 5.611 | 0.003 |
| NiA YSBS 11364-660 | 1.399 | 1.4 | 1.398 | 1.399 | 0.001 |
| NiA BS 400D | 1.001 | 1.002 | 1.002 | 1.002 | 0.001 |
| NiA IARM 100C | 0.995 | 0.995 | 0.993 | 0.994 | 0.001 |
| NiA BS H2E | 0.536 | 0.534 | 0.537 | 0.536 | 0.002 |
| NiA IARM NiX-18 | 0.208 | 0.207 | 0.207 | 0.207 | 0.001 |
| NiA BS 718D | 0.105 | 0.105 | 0.107 | 0.106 | 0.001 |
| NiA BS 750C | 0.0594 | 0.0592 | 0.0586 | 0.0591 | 0.0004 |

**表3 磷含量分析结果 %（m/m）**

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 水平（编号） | 1次 | 2次 | 3次 | 平均值 | 标准偏差S |
| NiA YSBS 35504 | 0.0506 | 0.0526 | 0.0516 | 0.0516 | 0.0010 |
| NiA BS 825F | 0.0184 | 0.0181 | 0.0188 | 0.0184 | 0.0004 |
| NiA YSBS 11364-660 | 0.0154 | 0.0157 | 0.0155 | 0.0155 | 0.0002 |
| NiA IARM NiX-18 | 0.0121 | 0.0118 | 0.0116 | 0.0118 | 0.0003 |
| NiA BS 718D | 0.0082 | 0.0080 | 0.0079 | 0.0080 | 0.0002 |
| NiA BS 750C | 0.0065 | 0.0067 | 0.0068 | 0.0067 | 0.0002 |
| NiA BS 200-4 | 0.0045 | 0.0043 | 0.0038 | 0.0042 | 0.0004 |
| NiA BS 400D | 0.0020 | 0.0016 | 0.0019 | 0.0018 | 0.0002 |

**表4 铬含量分析结果 %（m/m）**

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 水平（编号） | 1次 | 2次 | 3次 | 平均值 | 标准偏差S |
| NiA BS 825F | 23.221 | 23.241 | 23.202 | 23.221 | 0.020 |
| NiA IARM Ni825-18 | 22.306 | 22.334 | 22.317 | 22.319 | 0.014 |
| NiA IARM NiX-18 | 21.865 | 21.850 | 21.866 | 21.860 | 0.009 |
| NiA BS 718D | 18.392 | 18.378 | 18.390 | 18.387 | 0.008 |
| NiA BS H2E | 15.723 | 15.736 | 15.742 | 15.734 | 0.010 |
| NiA YSBS 11364-660 | 14.301 | 14.315 | 14.298 | 14.305 | 0.009 |
| NiA YSBS 35504 | 0.368 | 0.368 | 0.367 | 0.368 | 0.001 |
| NiA BS 200-4 | 0.150 | 0.147 | 0.149 | 0.149 | 0.002 |

**表5 镍含量分析结果 %（m/m）**

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 水平（编号） | 1次 | 2次 | 3次 | 平均值 | 标准偏差S |
| NiA BS 200-4 | 98.846 | 98.849 | 98.753 | 98.816 | 0.055 |
| NiA BS 750C | 70.931 | 71.044 | 70.996 | 70.990 | 0.057 |
| NiA BS 400D | 63.368 | 63.386 | 63.389 | 63.381 | 0.011 |
| NiA BS H2E | 58.287 | 58.291 | 58.254 | 58.277 | 0.020 |
| NiA BS 718D | 52.581 | 52.512 | 52.579 | 52.557 | 0.039 |
| NiA IARM NiX-18 | 47.010 | 46.927 | 46.971 | 46.969 | 0.042 |
| NiA BS 825F | 38.588 | 38.547 | 38.548 | 38.561 | 0.023 |
| NiA YSBS 11364-660 | 24.894 | 24.896 | 24.896 | 24.895 | 0.001 |

**表6 铜含量分析结果 %（m/m）**

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 水平（编号） | 1次 | 2次 | 3次 | 平均值 | 标准偏差S |
| NiA BS 400D | 32.981 | 32.989 | 32.956 | 32.975 | 0.017 |
| NiA BS 825F | 1.807 | 1.793 | 1.794 | 1.798 | 0.008 |
| NiA BS 191 | 0.345 | 0.341 | 0.338 | 0.341 | 0.004 |
| NiA IARM 100C | 0.100 | 0.101 | 0.094 | 0.098 | 0.004 |
| NiA YSBS 11364-660 | 0.093 | 0.089 | 0.091 | 0.091 | 0.002 |
| NiA BS 718D | 0.079 | 0.073 | 0.075 | 0.076 | 0.003 |
| NiA IARM NiX-18 | 0.046 | 0.046 | 0.042 | 0.045 | 0.002 |
| NiA BS 750C | 0.017 | 0.014 | 0.018 | 0.016 | 0.002 |

**表7 钼含量分析结果 %（m/m）**

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 水平（编号） | 1次 | 2次 | 3次 | 平均值 | 标准偏差S |
| NiA YSBS 35504 | 27.639 | 27.607 | 27.603 | 27.616 | 0.020 |
| NiA BS H2E | 16.102 | 16.119 | 16.075 | 16.099 | 0.022 |
| NiA IARM NiX-18 | 8.663 | 8.643 | 8.669 | 8.658 | 0.014 |
| NiA BS 825F | 3.164 | 3.158 | 3.160 | 3.161 | 0.003 |
| NiA IARM Ni825-18 | 2.797 | 2.790 | 2.786 | 2.791 | 0.006 |
| NiA YSBS 11364-660 | 1.167 | 1.168 | 1.165 | 1.167 | 0.002 |
| NiA BS 191 | 0.356 | 0.354 | 0.356 | 0.355 | 0.001 |
| NiA BS 750C | 0.071 | 0.070 | 0.069 | 0.070 | 0.001 |

**表8 钴含量分析结果 %（m/m）**

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 水平（编号） | 1次 | 2次 | 3次 | 平均值 | 标准偏差S |
| NiA IARM 100C | 17.832 | 17.845 | 17.821 | 17.833 | 0.012 |
| NiA IARM NiX-18 | 1.417 | 1.423 | 1.418 | 1.419 | 0.003 |
| NiA IARM Ni825-18 | 0.548 | 0.546 | 0.545 | 0.546 | 0.002 |
| NiA BS 718D | 0.366 | 0.364 | 0.367 | 0.366 | 0.002 |
| NiA YSBS 11364-660 | 0.184 | 0.181 | 0.183 | 0.183 | 0.002 |
| NiA BS 200-4 | 0.093 | 0.094 | 0.092 | 0.093 | 0.001 |
| NiA BS 825F | 0.062 | 0.064 | 0.066 | 0.064 | 0.002 |
| NiA BS 400D | 0.029 | 0.029 | 0.031 | 0.030 | 0.001 |

**表9 铁含量分析结果 %（m/m）**

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 水平（编号） | 1次 | 2次 | 3次 | 平均值 | 标准偏差S |
| NiA BS 191 | 68.041 | 68.050 | 68.059 | 68.050 | 0.009 |
| NiA YSBS 11364-660 | 54.496 | 54.558 | 54.508 | 54.521 | 0.033 |
| NiA BS 825F | 31.084 | 31.031 | 31.045 | 31.053 | 0.027 |
| NiA IARM Ni825-18 | 29.392 | 29.461 | 29.428 | 29.427 | 0.035 |
| NiA BS 718D | 18.621 | 18.571 | 18.616 | 18.603 | 0.028 |
| NiA BS 750C | 8.278 | 8.283 | 8.279 | 8.280 | 0.003 |
| NiA BS 400D | 2.008 | 2.001 | 2.003 | 2.004 | 0.004 |
| NiA BS 200-4 | 0.289 | 0.288 | 0.289 | 0.289 | 0.001 |

**表10铝含量分析结果 %（m/m）**

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 水平（编号） | 1次 | 2次 | 3次 | 平均值 | 标准偏差S |
| NiA BS 750C | 0.8868 | 0.8832 | 0.8815 | 0.8838 | 0.0027 |
| NiA BS 718D | 0.6402 | 0.6377 | 0.6463 | 0.6414 | 0.0044 |
| NiA BS H2E | 0.3136 | 0.3148 | 0.3171 | 0.3152 | 0.0018 |
| NiA IARM NiX-18 | 0.2233 | 0.2273 | 0.2273 | 0.2260 | 0.0023 |
| NiA IARM Ni825-18 | 0.1208 | 0.1213 | 0.1196 | 0.1206 | 0.0009 |
| NiA BS 825F | 0.0745 | 0.0750 | 0.0738 | 0.0744 | 0.0006 |
| NiA BS 400D | 0.0288 | 0.0275 | 0.0279 | 0.0281 | 0.0007 |
| NiA BS 200-4 | 0.0129 | 0.0134 | 0.0135 | 0.0133 | 0.0003 |

**表11钒含量分析结果 %（m/m）**

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 水平（编号） | 1次 | 2次 | 3次 | 平均值 | 标准偏差S |
| NiA YSBS 11364-660 | 0.2619 | 0.2626 | 0.2627 | 0.2624 | 0.0004 |
| NiA BS H2E | 0.1498 | 0.1528 | 0.1528 | 0.1518 | 0.0017 |
| NiA BS 750C | 0.1311 | 0.1331 | 0.1321 | 0.1321 | 0.0010 |
| NiA BS 825F | 0.0820 | 0.0840 | 0.0830 | 0.0830 | 0.0010 |
| NiA IARM Ni825-18 | 0.0449 | 0.0459 | 0.0469 | 0.0459 | 0.0010 |
| NiA IARM NiX-18 | 0.0343 | 0.0373 | 0.0343 | 0.0353 | 0.0017 |
| NiA BS 400D | 0.0049 | 0.0056 | 0.0054 | 0.0053 | 0.0004 |
| NiA BS 200-4 | 0.0014 | 0.0012 | 0.0021 | 0.0016 | 0.0005 |

**表12钛含量分析结果 %（m/m）**

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 水平（编号） | 1次 | 2次 | 3次 | 平均值 | 标准偏差S |
| NiA BS 750C | 2.59 | 2.59 | 2.593 | 2.591 | 0.002 |
| NiA IARM Ni825-18 | 0.972 | 0.975 | 0.972 | 0.973 | 0.002 |
| NiA BS 825F | 0.905 | 0.903 | 0.898 | 0.902 | 0.004 |
| NiA BS 400D | 0.07 | 0.07 | 0.07 | 0.070 | 0.000 |
| NiA YSBS 35504 | 0.036 | 0.035 | 0.037 | 0.036 | 0.001 |
| NiA BS 200-4 | 0.018 | 0.019 | 0.019 | 0.019 | 0.001 |
| NiA IARM 100C | 0.015 | 0.015 | 0.016 | 0.015 | 0.001 |
| NiA BS H2E | 0.0058 | 0.0048 | 0.0055 | 0.0054 | 0.0005 |

**表13钨含量分析结果 %（m/m）**

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 水平（编号） | 1次 | 2次 | 3次 | 平均值 | 标准偏差S |
| NiA BS H2E | 3.2761 | 3.2828 | 3.2811 | 3.2800 | 0.0035 |
| NiA IARM 100C | 2.4488 | 2.4565 | 2.4490 | 2.4514 | 0.0044 |
| NiA IARM NiX-18 | 0.5270 | 0.5243 | 0.5307 | 0.5273 | 0.0032 |
| NiA IARM Ni825-18 | 0.2225 | 0.2259 | 0.2276 | 0.2253 | 0.0026 |
| NiA YSBS 11364-660 | 0.0829 | 0.0838 | 0.0811 | 0.0826 | 0.0014 |
| NiA BS 718D | 0.0490 | 0.0496 | 0.0481 | 0.0489 | 0.0008 |
| NiA BS 825F | 0.0189 | 0.0201 | 0.0195 | 0.0195 | 0.0006 |
| NiA BS 750C | 0.0085 | 0.0087 | 0.0095 | 0.0089 | 0.0005 |

**表14铌含量分析结果 %（m/m）**

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 水平（编号） | 1次 | 2次 | 3次 | 平均值 | 标准偏差S |
| NiA BS 718D | 5.1189 | 5.1228 | 5.1163 | 5.1193 | 0.0033 |
| NiA BS 750C | 0.8509 | 0.8511 | 0.8498 | 0.8506 | 0.0007 |
| NiA IARM Ni825-18 | 0.2988 | 0.2991 | 0.2989 | 0.2989 | 0.0002 |
| NiA YSBS 11364-660 | 0.1199 | 0.1212 | 0.1215 | 0.1209 | 0.0009 |
| NiA IARM NiX-18 | 0.0263 | 0.0258 | 0.0249 | 0.0257 | 0.0007 |
| NiA BS 825F | 0.0098 | 0.0102 | 0.0105 | 0.0102 | 0.0004 |
| NiA BS H2E | 0.0077 | 0.0083 | 0.0074 | 0.0078 | 0.0005 |
| NiA BS 200-4 | 0.0018 | 0.0023 | 0.0019 | 0.0020 | 0.0003 |

**2.6.2 准确度验证**

选择不同含量水平的标准样品，根据本标准所规定的分析方法进行试验，结果见表15。

**表15 本方法分析结果与标准值的对照** %**（m/m）**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Standards | 数值 | Si | Mn | P | Cr | Ni | Cu | Mo | Co | Fe | Al | V | Ti | Nb | W |
| NiA BS 200-4 | 认定值 | 0.101 | 0.31 | 0.0023 | 0.132 | 98.9 | 0.0482 | 0.0013 | 0.0911 | 0.297 |  | 0.0024 | 0.0191 | 0.001 | 0.00095 |
| 测定值 | 0.126 | 0.323 | 0.0042 | 0.149 | 98.816 | 0.044 | 0.0020 | 0.093 | 0.289 |  | 0.0016 | 0.019 | 0.0020 |  |
| NiA BS 750C | 认定值 | 0.071 | 0.056 | 0.0059 | 15.92 | 71 | 0.012 | 0.07 | 0.036 | 8.36 | 0.91 | 0.132 | 2.61 | 0.83 | 0.0028 |
| 测定值 | 0.069 | 0.0591 | 0.0067 | 15.890 | 70.990 | 0.016 | 0.070 | 0.035 | 8.280 | 0.8838 | 0.1321 | 2.591 | 0.8506 | 0.0089 |
| NiA BS 400D | 认定值 | 0.146 | 0.993 | 0.001 | 0.0057 | 63.4 | 33 | 0.0024 | 0.032 | 2 | 0.0231 |  | 0.064 |  | 0.0004 |
| 测定值 | 0.170 | 1.002 | 0.0018 | 0.0042 | 63.381 | 32.975 | 0.0027 | 0.030 | 2.004 | 0.0281 | 0.0053 | 0.070 | 0.0010 |  |
| NiA BS H2E | 认定值 | 0.03 | 0.55 | 0.005 | 15.85 | 58.3 | 0.007 | 15.98 | 0.032 | 5.41 | 0.35 | 0.15 | 0.007 | 0.009 | 3.28 |
| 测定值 | 0.038 | 0.536 | 0.0024 | 15.734 | 58.277 | 0.006 | 16.099 | 0.036 | 5.469 | 0.3152 | 0.1518 | 0.0054 | 0.0078 | 3.2800 |
| NiA BS 718D | 认定值 | 0.072 | 0.1 | 0.0083 | 18.32 | 52.5 | 0.071 | 3 | 0.368 | 18.51 | 0.631 | 0.038 | 0.93 | 5.16 | 0.049 |
| 测定值 | 0.068 | 0.106 | 0.0080 | 18.387 | 52.557 | 0.076 | 3.010 | 0.366 | 18.603 | 0.6414 | 0.0394 | 0.945 | 5.1193 | 0.0489 |
| NiA IARM NiX-18 | 认定值 | 0.49 | 0.215 | 0.0107 | 22 | 46.9 | 0.046 | 8.6 | 1.43 | 19.2 | 0.24 | 0.037 | 0.017 | 0.024 | 0.55 |
| 测定值 | 0.471 | 0.207 | 0.0118 | 21.860 | 46.969 | 0.045 | 8.658 | 1.419 | 19.439 | 0.2260 | 0.0353 | 0.017 | 0.0257 | 0.5273 |
| NiA BS 825F | 认定值 | 0.59 | 0.521 | 0.018 | 23.2 | 38.9 | 1.78 | 3.19 | 0.064 | 30.7 | 0.081 | 0.086 | 0.91 | 0.02 | 0.015 |
| 测定值 | 0.601 | 0.526 | 0.0184 | 23.221 | 38.561 | 1.798 | 3.161 | 0.064 | 31.053 | 0.0744 | 0.0830 | 0.902 | 0.0102 | 0.0195 |
| NiA YSBS 11364-660 | 认定值 | 0.685 | 1.39 | 0.014 | 14.18 | 24.74 | 0.09 | 1.17 | 0.18 | 54.71 | 0.225 | 0.263 | 2.11 | 0.115 | 0.075 |
| 测定值 | 0.646 | 1.399 | 0.0155 | 14.305 | 24.895 | 0.091 | 1.167 | 0.183 | 54.521 | 0.2354 | 0.2624 | 2.101 | 0.1209 | 0.0826 |
| NiA YSBS 35504 | 认定值 | 1.01 | 0.597 | 0.049 | 0.375 | 61.8 | 0.019 | 27.94 | 1.7 | 5.94 | 0.016 | 0.212 | 0.034 | 0.056 | 0.096 |
| 测定值 | 1.023 | 0.592 | 0.0516 | 0.368 | 61.909 | 0.017 | 27.616 | 1.719 | 6.012 | 0.0111 | 0.2011 | 0.036 | 0.0580 | 0.0907 |
| NiA IARM Ni825-18 | 认定值 | 0.17 | 0.49 | 0.013 | 22.4 | 40.8 | 1.81 | 2.8 | 0.55 | 29.5 | 0.11 | 0.047 | 0.96 | 0.31 | 0.23 |
| 测定值 | 0.173 | 0.485 | 0.0155 | 22.319 | 40.835 | 1.811 | 2.791 | 0.546 | 29.427 | 0.1206 | 0.0459 | 0.973 | 0.2989 | 0.2253 |
| NiA IARM 100C | 认定值 | 0.442 | 0.97 | 0.013 | 21.9 | 20.5 | 0.11 | 3.06 | 17.9 | 31.1 | 0.34 | 0.037 | 0.013 | 0.174 | 2.47 |
| 测定值 | 0.420 | 0.994 | 0.0147 | 22.120 | 20.463 | 0.098 | 3.094 | 17.833 | 31.014 | 0.3691 | 0.0367 | 0.015 | 0.1735 | 2.4514 |
| NiA BS 191 | 认定值 | 3.66 | 5.71 | 0.024 | 16.33 | 5.34 | 0.33 | 0.36 | 0.11 | 67.73 |  | 0.083 | 0.012 | 0.024 | 0.033 |
| 测定值 | 3.346 | 5.611 | 0.0210 | 16.420 | 5.313 | 0.341 | 0.355 | 0.106 | 68.050 |  | 0.0831 | 0.013 | 0.0243 | 0.0400 |

从表15的数据可见，本方法分析结果与标准值基本相符，表明该方法准确度可靠。

**3 结论**

通过对镍合金中14个元素的系列条件试验，以及精密度和准确度试验，结果表明，该方法精密度符合要求，测定结果准确、可靠，方法操作简便，能够满足分析要求。

**4 协同试验**

**4.1 样品的准备**

由酒泉钢铁（集团）有限责任公司负责搜集、提供镍合金的样品。

**4.2 精密度和准确度试验**

参考ASTM E2465规定，精密度数据是在2024年由6家实验室对各含量的15-19个不同水平样品（测试样品b01-b19）进行共同试验确定的。使用经认证的参考材料（CRM）测试数据的重现性限R和相对重现性限R%来判断精密度，相当简单直观，采用经认证的参考材料（CRM）进行了准确度测试。鼓励用户使用这些或类似的参考材料来验证测试方法准确性更加可靠。在其实验室是否准确对结果进行统计处理，各元素的含量与试验结果的统计如表16-表29。

通过精密度和准确度数据统计分析，可以更好选择合适的标准物质，减少含量水平测试，降低基体效应校正复杂程度，更容易获得正确的基体效应校正参数，提高校正曲线的可靠性、准确性。

表16 硅元素的实验室间试验所得结果 %（m/m）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 认证值 | 测定值 | 偏差 | 再现性限R | R% |
| NiA BS 191 | 3.66 | 3.398 | -0.262 | 0.4500 | 13.24 |
| NiA YSBS 35504 | 1.01 | 1.010 | 0.000 | 0.0797 | 7.89 |
| NiA YSBS 11364-660 | 0.685 | 0.651 | -0.034 | 0.0458 | 7.03 |
| NiA BS 825F | 0.59 | 0.602 | 0.012 | 0.0347 | 5.76 |
| NiA IARM NiX-18 | 0.49 | 0.476 | -0.014 | 0.0352 | 7.39 |
| NiA 28X 6255 | 0.448 | 0.442 | -0.006 | 0.0649 | 14.69 |
| NiA IARM 100C | 0.442 | 0.422 | -0.020 | 0.0219 | 5.20 |
| NiA IARM Ni825-18 | 0.17 | 0.170 | 0.000 | 0.0216 | 12.69 |
| NiA 212X 05500 | 0.167 | 0.184 | 0.017 | 0.0348 | 18.94 |
| NiA BS 405A | 0.15 | 0.145 | -0.005 | 0.0171 | 11.84 |
| NiA BS 400D | 0.146 | 0.170 | 0.024 | 0.0560 | 32.94 |
| NiA BS 200-4 | 0.101 | 0.111 | 0.010 | 0.0535 | 48.22 |
| NiA IARM Ni925-18 | 0.075 | 0.071 | -0.004 | 0.0127 | 18.01 |
| NiA BS 718D | 0.072 | 0.066 | -0.006 | 0.0153 | 23.27 |
| NiA BS 750C | 0.071 | 0.072 | 0.001 | 0.0219 | 30.16 |
| NiA YSBS 41502 | 0.071 | 0.068 | -0.003 | 0.0067 | 9.83 |
| NiA BS H6B | 0.035 | 0.043 | 0.008 | 0.0418 | 97.23 |
| NiA BS H2E | 0.03 | 0.036 | 0.006 | 0.0178 | 49.31 |
| NiA BS H1C | 0.01 | 0.021 | 0.011 | 0.0283 | 131.53 |

表17 锰元素的实验室间试验所得结果 %（m/m）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 认证值 | 测定值 | 偏差 | 再现性限R | R% |
| NiA BS 191 | 5.71 | 5.611 | -0.099 | 0.0291 | 0.52 |
| NiA BS 405A | 1.9 | 1.879 | -0.021 | 0.0818 | 4.35 |
| NiA YSBS 11364-660 | 1.39 | 1.314 | -0.076 | 0.5323 | 40.53 |
| NiA BS 400D | 0.993 | 0.994 | 0.001 | 0.0420 | 4.22 |
| NiA IARM 100C | 0.97 | 0.998 | 0.028 | 0.0386 | 3.86 |
| NiA 212X 05500 | 0.634 | 0.626 | -0.008 | 0.0366 | 5.84 |
| NiA YSBS 35504 | 0.597 | 0.587 | -0.010 | 0.0189 | 3.22 |
| NiA BS H2E | 0.55 | 0.540 | -0.010 | 0.0216 | 4.00 |
| NiA BS 825F | 0.521 | 0.526 | 0.005 | 0.0249 | 4.73 |
| NiA IARM Ni925-18 | 0.518 | 0.524 | 0.006 | 0.0174 | 3.32 |
| NiA BS H1C | 0.51 | 0.496 | -0.014 | 0.0181 | 3.65 |
| NiA IARM Ni825-18 | 0.49 | 0.486 | -0.004 | 0.0210 | 4.31 |
| NiA BS 200-4 | 0.31 | 0.317 | 0.007 | 0.0251 | 7.92 |
| NiA BS H6B | 0.226 | 0.232 | 0.006 | 0.0200 | 8.63 |
| NiA IARM NiX-18 | 0.215 | 0.210 | -0.005 | 0.0193 | 9.18 |
| NiA 28X 6255 | 0.2034 | 0.204 | 0.000 | 0.0153 | 7.53 |
| NiA YSBS 41502 | 0.124 | 0.122 | -0.002 | 0.0149 | 12.21 |
| NiA BS 718D | 0.1 | 0.107 | 0.007 | 0.0140 | 13.06 |
| NiA BS 750C | 0.056 | 0.059 | 0.003 | 0.0091 | 15.31 |

表18 磷元素的实验室间试验所得结果 %（m/m）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 认证值 | 测定值 | 偏差 | 再现性限R | R% |
| NiA YSBS 35504 | 0.049 | 0.0472 | -0.0018 | 0.0263 | 55.82 |
| NiA BS 191 | 0.024 | 0.0217 | -0.0023 | 0.0056 | 25.94 |
| NiA BS 825F | 0.018 | 0.0172 | -0.0008 | 0.0036 | 21.03 |
| NiA YSBS 11364-660 | 0.014 | 0.0150 | 0.0010 | 0.0022 | 14.58 |
| NiA IARM Ni825-18 | 0.013 | 0.0143 | 0.0013 | 0.0040 | 28.11 |
| NiA IARM 100C | 0.013 | 0.0190 | 0.0060 | 0.0182 | 95.51 |
| NiA IARM Ni925-18 | 0.012 | 0.0112 | -0.0008 | 0.0034 | 30.63 |
| NiA IARM NiX-18 | 0.0107 | 0.0110 | 0.0003 | 0.0071 | 64.61 |
| NiA 28X 6255 | 0.0105 | 0.0130 | 0.0025 | 0.0067 | 51.28 |
| NiA BS 718D | 0.0083 | 0.0074 | -0.0009 | 0.0022 | 30.14 |
| NiA BS 750C | 0.0059 | 0.0063 | 0.0004 | 0.0037 | 58.23 |
| NiA BS H6B | 0.0054 | 0.0060 | 0.0006 | 0.0208 | 348.88 |
| NiA BS H2E | 0.005 | 0.0064 | 0.0014 | 0.0221 | 345.94 |
| NiA BS H1C | 0.0049 | 0.0033 | -0.0016 | 0.0025 | 75.32 |
| NiA BS 405A | 0.0037 | 0.0043 | 0.0006 | 0.0045 | 102.47 |
| NiA 212X 05500 | 0.0031 | 0.0042 | 0.0011 | 0.0035 | 82.51 |
| NiA BS 200-4 | 0.0023 | 0.0042 | 0.0019 | 0.0030 | 72.58 |
| NiA YSBS 41502 | 0.0023 | 0.0033 | 0.0010 | 0.0046 | 137.95 |
| NiA BS 400D | 0.001 | 0.0019 | 0.0009 | 0.0039 | 200.65 |

表19 铬元素的实验室间试验所得结果 %（m/m）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 认证值 | 测定值 | 偏差 | 再现性限R | R% |
| NiA BS 825F | 23.2 | 23.225 | 0.025 | 0.3124 | 1.35 |
| NiA IARM Ni825-18 | 22.4 | 22.300 | -0.100 | 0.3050 | 1.37 |
| NiA BS H6B | 22.3 | 22.024 | -0.276 | 0.3244 | 1.47 |
| NiA IARM NiX-18 | 22 | 21.820 | -0.180 | 0.2060 | 0.94 |
| NiA IARM 100C | 21.9 | 22.062 | 0.162 | 0.1558 | 0.71 |
| NiA IARM Ni925-18 | 20.8 | 20.835 | 0.035 | 0.1939 | 0.93 |
| NiA YSBS 41502 | 20.69 | 20.563 | -0.127 | 0.2791 | 1.36 |
| NiA 28X 6255 | 19.65 | 19.647 | -0.003 | 0.2555 | 1.30 |
| NiA BS 718D | 18.32 | 18.338 | 0.018 | 0.1112 | 0.61 |
| NiA BS 191 | 16.33 | 16.457 | 0.127 | 0.2011 | 1.22 |
| NiA BS 750C | 15.92 | 15.874 | -0.046 | 0.1747 | 1.10 |
| NiA BS H2E | 15.85 | 15.639 | -0.211 | 0.2608 | 1.67 |
| NiA YSBS 11364-660 | 14.18 | 14.299 | 0.119 | 0.1483 | 1.04 |
| NiA BS H1C | 0.7 | 0.683 | -0.017 | 0.0176 | 2.59 |
| NiA YSBS 35504 | 0.375 | 0.384 | 0.009 | 0.1086 |  |
| NiA BS 200-4 | 0.132 | 0.149 | 0.017 | 0.0070 |  |
| NiA 212X 05500 | 0.073 | 0.073 | -0.001 | 0.0042 |  |
| NiA BS 405A | 0.0099 | 0.011 | 0.001 | 0.0073 |  |
| NiA BS 400D | 0.0057 | 0.006 | 0.001 | 0.0048 |  |

表20 镍元素的实验室间试验所得结果 %（m/m）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 认证值 | 测定值 | 偏差 | 再现性限R | R% |
| NiA BS 200-4 | 98.9 | 98.913 | 0.013 | 0.3521 | 0.36 |
| NiA BS 750C | 71 | 71.074 | 0.074 | 0.3498 | 0.49 |
| NiA BS H1C | 69.8 | 69.999 | 0.199 | 0.3877 | 0.55 |
| NiA 212X 05500 | 64.3 | 64.504 | 0.324 | 0.3713 | 0.58 |
| NiA 28X 6255 | 64.16 | 64.204 | 0.044 | 0.3821 | 0.60 |
| NiA BS 405A | 63.8 | 64.259 | 0.596 | 0.722 | 1.12 |
| NiA YSBS 41502 | 63.72 | 64.054 | 0.334 | 0.2674 | 0.42 |
| NiA BS 400D | 63.4 | 63.620 | 0.220 | 0.9281 | 1.46 |
| NiA YSBS 35504 | 61.8 | 61.786 | -0.014 | 0.5426 | 0.88 |
| NiA BS H2E | 58.3 | 58.378 | 0.078 | 0.1827 | 0.31 |
| NiA BS H6B | 55.9 | 56.410 | 0.510 | 0.2229 | 0.40 |
| NiA BS 718D | 52.5 | 52.561 | 0.061 | 0.1686 | 0.32 |
| NiA IARM NiX-18 | 46.9 | 46.979 | 0.079 | 0.3015 | 0.64 |
| NiA IARM Ni925-18 | 44.2 | 44.060 | -0.140 | 0.3084 | 0.70 |
| NiA IARM Ni825-18 | 40.8 | 40.831 | 0.031 | 0.3569 | 0.87 |
| NiA BS 825F | 38.9 | 38.556 | -0.344 | 0.4085 | 1.06 |
| NiA YSBS 11364-660 | 24.74 | 24.816 | 0.076 | 0.1726 | 0.70 |
| NiA IARM 100C | 20.5 | 20.555 | 0.055 | 0.3920 | 1.91 |
| NiA BS 191 | 5.34 | 5.302 | -0.038 | 0.0321 | 0.61 |

表21 铜元素的实验室间试验所得结果 %（m/m）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 认证值 | 测定值 | 偏差 | 再现性限R | R% |
| NiA BS 400D | 33 | 32.936 | -0.064 | 0.7285 | 2.21 |
| NiA BS 405A | 32.1 | 31.796 | -0.304 | 0.7821 | 2.46 |
| NiA 212X 05500 | 29.91 | 29.627 | -0.283 | 0.4090 | 1.38 |
| NiA IARM Ni825-18 | 1.81 | 1.799 | -0.011 | 0.0512 | 2.85 |
| NiA BS 825F | 1.78 | 1.783 | 0.003 | 0.0371 | 2.08 |
| NiA IARM Ni925-18 | 1.69 | 1.700 | 0.010 | 0.0362 | 2.13 |
| NiA BS 191 | 0.33 | 0.330 | 0.000 | 0.0501 | 15.17 |
| NiA IARM 100C | 0.11 | 0.097 | -0.013 | 0.0245 | 25.18 |
| NiA YSBS 11364-660 | 0.09 | 0.084 | -0.006 | 0.0225 | 26.62 |
| NiA BS 718D | 0.071 | 0.072 | 0.001 | 0.0069 | 9.48 |
| NiA 28X 6255 | 0.0647 | 0.072 | 0.007 | 0.0080 | 11.06 |
| NiA IARM NiX-18 | 0.046 | 0.050 | 0.004 | 0.0130 | 26.13 |
| NiA BS H6B | 0.035 | 0.035 | 0.000 | 0.0107 | 30.29 |
| NiA YSBS 35504 | 0.019 | 0.027 | 0.008 | 0.0111 | 41.16 |
| NiA BS 750C | 0.012 | 0.022 | 0.010 | 0.0690 |  |
| NiA BS H2E | 0.007 | 0.011 | 0.004 | 0.0192 |  |
| NiA BS H1C | 0.002 | 0.008 | 0.006 | 0.0168 |  |
| NiA YSBS 41502 |  | 0.065 | 0.065 | 0.0249 |  |

表22 钼元素的实验室间试验所得结果 %（m/m）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 认证值 | 测定值 | 偏差 | 再现性限R | R% |
| NiA YSBS 35504 | 27.94 | 27.833 | -0.107 | 0.4914 | 1.77 |
| NiA BS H1C | 27.2 | 27.256 | 0.056 | 0.4809 | 1.76 |
| NiA BS H2E | 15.98 | 16.146 | 0.166 | 0.2929 | 1.81 |
| NiA BS H6B | 14.05 | 14.119 | 0.069 | 0.3370 | 2.39 |
| NiA IARM NiX-18 | 8.6 | 8.703 | 0.103 | 0.3459 | 3.97 |
| NiA YSBS 41502 | 8.37 | 8.175 | -0.195 | 0.2272 | 2.78 |
| NiA 28X 6255 | 8.32 | 8.386 | 0.066 | 0.2351 | 2.80 |
| NiA BS 825F | 3.19 | 3.184 | -0.006 | 0.1426 | 4.48 |
| NiA IARM 100C | 3.06 | 3.074 | 0.014 | 0.1137 | 3.70 |
| NiA BS 718D | 3 | 3.009 | 0.009 | 0.0817 | 2.72 |
| NiA IARM Ni925-18 | 2.82 | 2.860 | 0.040 | 0.1051 | 3.68 |
| NiA IARM Ni825-18 | 2.8 | 2.810 | 0.010 | 0.1333 | 4.74 |
| NiA YSBS 11364-660 | 1.17 | 1.173 | 0.003 | 0.0249 | 2.12 |
| NiA BS 191 | 0.36 | 0.357 | -0.003 | 0.0095 | 2.66 |
| NiA BS 750C | 0.07 | 0.070 | -0.001 | 0.0029 | 4.16 |
| NiA BS 405A | 0.0031 | 0.0032 | 0.0001 | 0.0048 | 153.38 |
| NiA BS 400D | 0.0024 | 0.0025 | 0.0001 | 0.0046 |  |
| NiA BS 200-4 | 0.0013 | 0.0021 | 0.0008 | 0.0051 |  |
| NiA 212X 05500 |  | 0.001 |  |  |  |

表23 钴元素的实验室间试验所得结果 %（m/m）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 认证值 | 测定值 | 偏差 | 再现性限R | R% |
| NiA IARM 100C | 17.9 | 17.820 | -0.080 | 0.2946 | 1.65 |
| NiA YSBS 35504 | 1.7 | 1.714 | 0.014 | 0.0353 | 2.06 |
| NiA IARM NiX-18 | 1.43 | 1.419 | -0.011 | 0.0209 | 1.47 |
| NiA IARM Ni825-18 | 0.55 | 0.547 | -0.003 | 0.0057 | 1.03 |
| NiA IARM Ni925-18 | 0.43 | 0.428 | -0.002 | 0.0126 | 2.93 |
| NiA BS 718D | 0.368 | 0.367 | -0.001 | 0.0091 | 2.49 |
| NiA YSBS 11364-660 | 0.18 | 0.181 | 0.001 | 0.0073 | 4.01 |
| NiA 28X 6255 | 0.164 | 0.156 | -0.008 | 0.0071 | 4.53 |
| NiA BS 191 | 0.11 | 0.104 | -0.006 | 0.0041 | 3.95 |
| NiA BS 200-4 | 0.0911 | 0.093 | 0.002 | 0.0058 | 6.19 |
| NiA BS H6B | 0.079 | 0.073 | -0.006 | 0.0053 | 7.33 |
| NiA BS 825F | 0.064 | 0.062 | -0.002 | 0.0042 | 6.76 |
| NiA BS 750C | 0.036 | 0.035 | -0.001 | 0.0014 | 4.06 |
| NiA BS 400D | 0.032 | 0.034 | 0.002 | 0.0091 | 27.06 |
| NiA BS H2E | 0.032 | 0.033 | 0.001 | 0.0087 | 26.53 |
| NiA BS 405A | 0.019 | 0.022 | 0.003 | 0.0077 | 34.24 |
| NiA YSBS 41502 | 0.011 | 0.009 | -0.002 | 0.0213 |  |
| NiA BS H1C | 0.01 | 0.011 | 0.001 | 0.0048 |  |
| NiA 212X 05500 | 0.009 | 0.004 | -0.005 | 0.0053 |  |

表24 铁元素的实验室间试验所得结果 %（m/m）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 认证值 | 测定值 | 偏差 | 再现性限R | R% |
| NiA BS 191 | 67.73 | 68.142 | 0.412 | 0.364 | 0.53 |
| NiA YSBS 11364-660 | 54.71 | 54.545 | -0.165 | 0.150 | 0.28 |
| NiA IARM 100C | 31.1 | 30.921 | -0.179 | 0.203 | 0.66 |
| NiA BS 825F | 30.7 | 30.988 | 0.288 | 0.251 | 0.81 |
| NiA IARM Ni825-18 | 29.5 | 29.379 | -0.121 | 0.224 | 0.76 |
| NiA IARM Ni925-18 | 26.4 | 26.391 | -0.009 | 0.185 | 0.70 |
| NiA IARM NiX-18 | 19.2 | 19.366 | 0.166 | 0.214 | 1.10 |
| NiA BS 718D | 18.51 | 18.576 | 0.066 | 0.162 | 0.87 |
| NiA BS 750C | 8.36 | 8.284 | -0.076 | 0.090 | 1.09 |
| NiA YSBS 35504 | 5.94 | 6.013 | 0.073 | 0.135 | 2.25 |
| NiA BS H2E | 5.41 | 5.458 | 0.048 | 0.057 | 1.04 |
| NiA YSBS 41502 | 3.5 | 3.523 | 0.023 | 0.063 | 1.78 |
| NiA BS H6B | 3.45 | 3.481 | 0.031 | 0.058 | 1.67 |
| NiA 28X 6255 | 2.03 | 2.012 | -0.018 | 0.042 | 2.11 |
| NiA BS 400D | 2 | 1.997 | -0.003 | 0.059 | 2.94 |
| NiA BS 405A | 1.51 | 1.498 | -0.012 | 0.077 | 5.11 |
| NiA BS H1C | 1.29 | 1.294 | 0.004 | 0.043 | 3.32 |
| NiA 212X 05500 | 1.162 | 1.143 | -0.019 | 0.028 | 2.48 |
| NiA BS 200-4 | 0.297 | 0.290 | -0.007 | 0.023 | 7.85 |

表25 铝元素的实验室间试验所得结果 %（m/m）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 认证值 | 测定值 | 偏差 | 再现性限R | R% |
| NiA 212X 05500 | 3 | 2.966 | -0.034 | 0.2832 | 9.55 |
| NiA BS 750C | 0.91 | 0.866 | -0.044 | 0.0919 | 10.61 |
| NiA BS 718D | 0.631 | 0.631 | 0.000 | 0.0568 | 8.99 |
| NiA BS H2E | 0.35 | 0.311 | -0.039 | 0.0363 | 11.67 |
| NiA IARM 100C | 0.34 | 0.371 | 0.031 | 0.0148 | 4.00 |
| NiA 28X 6255 | 0.334 | 0.309 | -0.025 | 0.0241 | 7.79 |
| NiA IARM NiX-18 | 0.24 | 0.226 | -0.014 | 0.0276 | 12.19 |
| NiA BS H6B | 0.23 | 0.223 | -0.007 | 0.0414 | 18.55 |
| NiA IARM Ni925-18 | 0.23 | 0.228 | -0.002 | 0.0430 | 18.84 |
| NiA YSBS 11364-660 | 0.225 | 0.229 | 0.004 | 0.0366 | 15.95 |
| NiA BS H1C | 0.15 | 0.160 | 0.010 | 0.0279 | 17.50 |
| NiA IARM Ni825-18 | 0.11 | 0.113 | 0.003 | 0.0227 | 20.04 |
| NiA BS 825F | 0.081 | 0.071 | -0.010 | 0.0226 | 31.81 |
| NiA BS 400D | 0.0231 | 0.027 | 0.004 | 0.0128 | 46.61 |
| NiA YSBS 35504 | 0.016 | 0.018 | 0.002 | 0.0142 | 80.76 |
| NiA YSBS 41502 | 0.016 | 0.022 | 0.006 | 0.0159 | 73.11 |
| NiA BS 200-4 | 0.0057 | 0.011 | 0.005 | 0.0173 |  |
| NiA BS 405A | 0.002 | 0.006 | 0.004 | 0.0028 |  |
| NiA BS 191 | 0.002 | 0.002 | 0.000 | 0.0072 |  |

表26 钒元素的实验室间试验所得结果 %（m/m）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 认证值 | 测定值 | 偏差 | 再现性限R | R% |
| NiA YSBS 11364-660 | 0.263 | 0.2630 | 0.0000 | 0.0162 | 6.17 |
| NiA YSBS 35504 | 0.212 | 0.2024 | -0.0096 | 0.0161 | 7.95 |
| NiA BS H2E | 0.15 | 0.1523 | 0.0023 | 0.0082 | 5.42 |
| NiA BS 750C | 0.132 | 0.1313 | -0.0007 | 0.0155 | 11.77 |
| NiA BS 825F | 0.086 | 0.0855 | -0.0005 | 0.0224 | 26.18 |
| NiA BS 191 | 0.083 | 0.0817 | -0.0013 | 0.0053 | 6.50 |
| NiA IARM Ni825-18 | 0.047 | 0.0476 | 0.0006 | 0.0174 | 36.52 |
| NiA BS 718D | 0.038 | 0.0408 | 0.0028 | 0.0078 | 19.08 |
| NiA IARM 100C | 0.037 | 0.0363 | -0.0007 | 0.0028 | 7.74 |
| NiA IARM NiX-18 | 0.037 | 0.0345 | -0.0025 | 0.0050 | 14.40 |
| NiA IARM Ni925-18 | 0.031 | 0.0271 | -0.0039 | 0.0051 | 18.92 |
| NiA BS H1C | 0.02 | 0.0014 | -0.0186 | 0.0025 | 174.16 |
| NiA BS H6B | 0.0063 | 0.0068 | 0.0005 | 0.0066 | 97.91 |
| NiA BS 200-4 | 0.0024 | 0.0028 | 0.0004 | 0.0028 | 98.81 |
| NiA BS 405A | 0.002 | 0.0021 | 0.0001 | 0.0018 | 87.94 |
| NiA 28X 6255 |  | 0.0048 | 0.0048 | 0.0087 |  |
| NiA 212X 05500 |  | 0.0202 | 0.0202 | 0.0601 |  |
| NiA BS 400D |  | 0.0053 | 0.0053 | 0.0037 |  |
| NiA YSBS 41502 |  | 0.0195 | 0.0195 | 0.0583 |  |

表27 钛元素的实验室间试验所得结果 %（m/m）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 认证值 | 测定值 | 偏差 | 再现性限R | R% |
| NiA BS 750C | 2.61 | 2.574 | -0.036 | 0.0723 | 2.81 |
| NiA IARM Ni925-18 | 2.19 | 2.191 | 0.001 | 0.0434 | 1.98 |
| NiA YSBS 11364-660 | 2.11 | 2.102 | -0.008 | 0.0328 | 1.56 |
| NiA IARM Ni825-18 | 0.96 | 0.967 | 0.007 | 0.0148 | 1.53 |
| NiA BS 718D | 0.93 | 0.940 | 0.010 | 0.0269 | 2.86 |
| NiA BS 825F | 0.91 | 0.901 | -0.009 | 0.0153 | 1.70 |
| NiA 28X 6255 | 0.346 | 0.342 | -0.004 | 0.0125 | 3.64 |
| NiA BS 400D | 0.064 | 0.069 | 0.005 | 0.0066 | 9.56 |
| NiA BS H6B | 0.05 | 0.051 | 0.001 | 0.0031 | 6.12 |
| NiA YSBS 35504 | 0.034 | 0.035 | 0.001 | 0.0042 | 11.79 |
| NiA BS 200-4 | 0.0191 | 0.020 | 0.001 | 0.0014 | 6.97 |
| NiA IARM NiX-18 | 0.017 | 0.018 | 0.001 | 0.0050 | 28.13 |
| NiA IARM 100C | 0.013 | 0.015 | 0.002 | 0.0007 | 4.66 |
| NiA BS 191 | 0.012 | 0.013 | 0.001 | 0.0016 | 12.13 |
| NiA YSBS 41502 | 0.011 | 0.013 | 0.002 | 0.0034 | 26.75 |
| NiA BS H1C | 0.008 | 0.003 | -0.005 | 0.0050 |  |
| NiA BS H2E | 0.007 | 0.006 | -0.001 | 0.0035 |  |
| NiA BS 405A | 0.0021 | 0.003 | 0.001 | 0.0050 |  |

表28 铌元素的实验室间试验所得结果 %（m/m）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 认证值 | 测定值 | 偏差 | 再现性限R | R% |
| NiA BS 718D | 5.16 | 5.1383 | -0.0217 | 0.2650 | 5.16 |
| NiA 28X 6255 | 4.09 | 4.2283 | 0.1383 | 0.1928 | 4.56 |
| NiA YSBS 41502 | 3.19 | 3.1736 | -0.0164 | 0.1495 | 4.71 |
| NiA BS 750C | 0.83 | 0.8522 | 0.0222 | 0.0503 | 5.90 |
| NiA IARM Ni925-18 | 0.4 | 0.4137 | 0.0137 | 0.0247 | 5.97 |
| NiA IARM Ni825-18 | 0.31 | 0.3015 | -0.0085 | 0.0182 | 6.03 |
| NiA IARM 100C | 0.174 | 0.1739 | -0.0001 | 0.0062 | 3.59 |
| NiA YSBS 11364-660 | 0.115 | 0.1208 | 0.0058 | 0.0045 | 3.69 |
| NiA BS H6B | 0.1 | 0.0902 | -0.0098 | 0.0102 | 11.27 |
| NiA IARM NiX-18 | 0.024 | 0.0258 | 0.0018 | 0.0042 | 16.38 |
| NiA BS 191 | 0.024 | 0.0238 | -0.0002 | 0.0034 | 14.13 |
| NiA BS 825F | 0.02 | 0.0091 | -0.0109 | 0.0055 | 60.41 |
| NiA BS H1C | 0.009 | 0.0062 | -0.0028 | 0.0095 |  |
| NiA BS H2E | 0.009 | 0.0096 | 0.0006 | 0.0177 |  |
| NiA BS 200-4 | 0.001 | 0.0018 | 0.0008 | 0.0008 |  |
| NiA BS 405A | 0.0004 | 0.0012 | 0.0008 | 0.0006 |  |
| NiA 212X 05500 |  | 0.0018 | 0.0018 | 0.0007 |  |
| NiA BS 400D |  | 0.0010 | 0.0010 | 0.0002 |  |

表29 钨元素的实验室间试验所得结果 %（m/m）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 认证值 | 测定值 | 偏差 | 再现性限R | R% |
| NiA BS H2E | 3.28 | 3.2829 | 0.0029 | 0.0801 | 2.44 |
| NiA BS H6B | 3.2 | 3.1689 | -0.0311 | 0.0821 | 2.59 |
| NiA IARM 100C | 2.47 | 2.5977 | 0.1277 | 0.3720 | 14.32 |
| NiA IARM NiX-18 | 0.55 | 0.5435 | -0.0065 | 0.0340 | 6.25 |
| NiA IARM Ni925-18 | 0.27 | 0.2551 | -0.0149 | 0.0079 | 3.10 |
| NiA IARM Ni825-18 | 0.23 | 0.2267 | -0.0033 | 0.0090 | 3.97 |
| NiA YSBS 35504 | 0.096 | 0.0899 | -0.0061 | 0.0145 | 16.16 |
| NiA YSBS 11364-660 | 0.075 | 0.0811 | 0.0061 | 0.0120 | 14.76 |
| NiA BS 718D | 0.049 | 0.0455 | -0.0035 | 0.0081 | 17.86 |
| NiA BS 191 | 0.033 | 0.0420 | 0.0090 | 0.0293 | 69.94 |
| NiA BS 825F | 0.015 | 0.0144 | -0.0006 | 0.0121 | 84.51 |
| NiA BS H1C | 0.009 | 0.0106 | 0.0016 | 0.0135 | 127.37 |
| NiA BS 750C | 0.0028 | 0.0081 | 0.0053 | 0.0097 |  |
| NiA BS 405A | 0.0017 | 0.0065 | 0.0048 | 0.0189 |  |
| NiA BS 200-4 | 0.00095 | 0.0082 | 0.0072 |  |  |
| NiA BS 400D | 0.0004 | 0.0020 | 0.0016 |  |  |
| NiA 28X 6255 |  | 0.0131 | 0.0131 | 0.0344 |  |
| NiA 212X 05500 |  | 0.0055 | 0.0055 | 0.0167 |  |
| NiA YSBS 41502 |  | 0.0999 | 0.0999 | 0.0124 |  |

附表1校准曲线标样成分 *w*/%

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Standards | No | Sum | Ni | Si | Mn | P | Cr | Cu | Mo | V | Al | Ti | Nb | Fe | Co | W | Ta |
| NiA BS 200-1 | a01 | 99.97 | 99.6 | 0.037 | 0.111 | 0.0009 | 0.0011 | 0.0077 | 0.0004 | 0.0008 | 0.0048 | 0.0209 | 0.004 | 0.046 | 0.089 | 0.0002 | 0.0004 |
| NiA IARM 57E | a02 | 100.06 | 72.1 | 0.052 | 0.079 | 0.005 | 15.3 | 0.01 | 0.014 | 0.021 | 0.74 | 2.54 | 1 | 8.01 | 0.021 | 0.009 | 0.023 |
| NiA IARM 63D | a03 | 99.90 | 70.4 | 0.03 | 0.76 | 0.004 | 0.153 | 0.003 | 26.6 | 0.007 | 0.13 | 0.14 | 0.04 | 1.56 | 0.013 | 0.02 | 0.011 |
| NiA 28X 6256 | a04 | 99.94 | 65.4 | 0.041 | 0.0004 | 0.0033 | 21.29 | 0.018 | 8.81 |  | 0.301 | 0.266 | 3.75 | 0.034 |  |  |  |
| NiA BS 500E | a05 | 99.82 | 64.7 | 0.148 | 0.605 | 0.0022 | 0.0174 | 29.9 | 0.0044 | 0.001 | 2.94 | 0.607 | 0.002 | 0.722 | 0.017 | 0.002 |  |
| NiA IARM 51D | a06 | 99.90 | 64.1 | 0.16 | 1.03 | 0.01 | 0.064 | 32.6 | 0.019 | 0.001 | 0.036 | 0.033 | 0.006 | 1.68 | 0.011 | 0.0017 | 0.001 |
| NiA 212X 04400 | a07 | 99.96 | 63.69 | 0.253 | 1.027 | 0.0033 | 0.166 | 32.47 | 0.0307 |  | 0.03 | 0.0193 |  | 2.065 | 0.0432 |  |  |
| NiA 215X HB4 | a08 | 99.97 | 61.8 | 1.005 | 0.597 | 0.049 | 0.375 | 0.0192 | 27.94 | 0.212 | 0.0159 | 0.0338 | 0.056 | 5.94 | 1.703 | 0.096 |  |
| NiA BS 625E | a09 | 100.04 | 60.7 | 0.065 | 0.05 | 0.004 | 22.44 | 0.024 | 8.77 | 0.02 | 0.214 | 0.27 | 3.56 | 3.81 | 0.031 | 0.016 | 0.0036 |
| NiA IARM NiC276-18 | a10 | 100.17 | 58.5 | 0.017 | 0.42 | 0.008 | 15.9 | 0.14 | 15.4 | 0.018 | 0.114 | 0.007 | 0.061 | 6.09 | 0.17 | 3.23 | 0.06 |
| NiA IARM 65D | a11 | 99.84 | 56.8 | 0.035 | 0.28 | 0.008 | 21.5 | 0.05 | 13.1 | 0.012 | 0.29 | 0.005 | 0.033 | 3.66 | 1.22 | 2.81 | 0.01 |
| NiA CRM 351/1 | a12 | 99.92 | 53.35 | 0.08 | 0.0562 | 0.0045 | 19.14 | 0.0222 | 3.04 | 0.0181 | 0.554 | 0.938 | 5.31 | 17.2 | 0.145 | 0.0209 | 0.0033 |
| NiA BS 925A | a13 | 99.94 | 44.9 | 0.07 | 0.137 | 0.007 | 19.9 | 1.96 | 3.11 | 0.037 | 0.2 | 2.23 | 0.291 | 26.8 | 0.23 | 0.039 | 0.0014 |
| NiA SRM1247 | a14 | 100.06 | 43.5 | 0.32 | 0.38 | 0.018 | 23.4 | 1.75 | 2.73 | 0.048 | 0.06 | 0.75 | 0.46 | 26.5 | 0.089 | 0.005 | 0.001 |
| NiA BS 925 | a15 | 100.10 | 43.53 | 0.11 | 0.5 | 0.016 | 20.82 | 1.74 | 3 | 0.03 | 0.17 | 2.2 | 0.23 | 26.92 | 0.34 | 0.47 |  |
| NiA CRM 387/1 | a16 | 100.19 | 41.2 | 0.06 | 0.025 | 0.0033 | 11.35 | 0.0076 | 5.83 |  | 0.24 | 3 |  | 38.4 | 0.02 |  |  |
| NiA CRM 295-1 | a17 | 100.14 | 24.4 | 0.418 | 1.758 | 0.0167 | 19.51 | 1.481 | 3.996 | 0.0456 | 0.0203 |  |  | 48.36 | 0.045 |  |  |
| NiA BS 617 | a18 | 99.90 | 51.6 | 0.14 | 0.057 | 0.007 | 22.44 | 0.062 | 9.64 | 0.022 | 1.2 | 0.28 | 0.123 | 1.76 | 12.42 | 0.06 |  |
| NiA BS 181A | a19 | 100.00 | 8.15 | 4.03 | 8.16 | 0.019 | 16.52 | 0.18 | 0.21 | 0.094 | 0.022 | 0.007 | 0.017 | 62.246 | 0.072 | 0.04 | 0.002 |
| NiA SRM1160 | a20 | 99.97 | 80.3 | 0.37 | 0.55 | 0.003 | 0.05 | 0.021 | 4.3 |  |  |  |  | 14.3 | 0.054 |  |  |
| NiA IARM 53F | a21 | 99.51 | 72.7 | 0.17 | 0.26 | 0.007 | 16 | 0.077 | 0.084 | 0.024 | 0.17 | 0.255 | 0.088 | 9.5 | 0.056 | 0.014 | 0.004 |
| NiA SRM1250 | a22 | 100.22 | 37.78 | 0.097 | 0.052 | 0.003 | 0.077 | 0.022 | 0.014 | 0.077 | 0.99 | 1.48 | 2.99 | 40.5 | 16.1 |  | 0.003 |
| NiA IARM 24B | a23 | 99.92 | 35.86 | 0.28 | 0.82 | 0.009 | 0.121 | 0.052 | 0.011 | 0.005 | 0.002 | 0.002 | 0.01 | 62.6 | 0.036 | 0.04 | 0.005 |
| NiA SRM1276A | a24 | 99.96 | 30.8 | 0.001 | 1.01 | 0.006 | 0.0002 | 67.5 |  |  |  | 0.0002 |  | 0.56 | 0.045 |  |  |

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Standards | No | C | N | S | As | B | Bi | Pb | Re | Sb | Sn | Zr | O | Zn | Hf | Y |
| NiA BS 200-1 | a01 | 0.0413 | 0.0002 | 0.0011 | 0.001 | 0.0033 |  | 0.001 |  | 0.0002 | 0.0001 | 0.0002 |  |  |  |  |
| NiA IARM 57E | a02 | 0.06 | 0.0025 | 0.0009 |  | 0.008 |  |  | 0.004 |  | 0.016 | 0.037 | 0.0012 | 0.005 | 0.004 | 0.002 |
| NiA IARM 63D | a03 | 0.0079 |  | 0.0006 | 0.001 | 0.0017 |  | 0.001 |  |  | 0.002 | 0.002 | 0.006 |  | 0.01 |  |
| NiA 28X 6256 | a04 | 0.0173 | 0.007 | 0.0016 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| NiA BS 500E | a05 | 0.134 | 0.00025 | 0.0006 | 0.0008 | 0.0017 |  | 0.0008 |  |  | 0.0008 | 0.0133 | 0.0005 |  |  |  |
| NiA IARM 51D | a06 | 0.139 |  | 0.0015 | 0.003 |  | 0.003 | 0.001 |  |  |  |  |  |  |  |  |
| NiA 212X 04400 | a07 | 0.157 | 0.0005 | 0.002 |  | 0.0019 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| NiA 215X HB4 | a08 | 0.0843 | 0.0013 | 0.0313 |  |  |  |  |  |  |  | 0.016 |  |  |  |  |
| NiA BS 625E | a09 | 0.049 | 0.0074 | 0.0005 | 0.003 | 0.0022 |  | 0.00005 |  | 0.0001 | 0.0006 | 0.003 | 0.0015 |  |  |  |
| NiA IARM NiC276-18 | a10 | 0.0032 | 0.017 | 0.0007 | 0.005 | 0.002 | 0.001 | 0.001 |  | 0.001 |  | 0.001 | 0.001 | 0.001 |  |  |
| NiA IARM 65D | a11 | 0.0021 | 0.019 | 0.0004 |  | 0.001 |  |  |  |  | 0.001 | 0.002 | 0.0005 |  |  |  |
| NiA CRM 351/1 | a12 | 0.0255 | 0.0077 | 0.00037 |  | 0.0035 |  |  |  | 0.00024 | 0.00033 | 0.0017 |  |  |  |  |
| NiA BS 925A | a13 | 0.01 | 0.0039 | 0.001 | 0.0015 | 0.0022 |  | 0.0002 |  | 0.0003 | 0.0022 | 0.002 | 0.0008 |  |  |  |
| NiA SRM1247 | a14 | 0.021 | 0.017 | 0.002 | 0.003 | 0.002 |  | 0.0001 |  |  |  |  | 0.005 |  |  |  |
| NiA BS 925 | a15 | 0.011 | 0.0042 | 0.002 |  | 0.002 |  |  |  |  | 0.002 |  | 0.0075 |  |  |  |
| NiA CRM 387/1 | a16 | 0.033 |  | 0.0028 |  | 0.017 |  |  |  | 0.0003 |  |  |  |  |  |  |
| NiA CRM 295-1 | a17 | 0.0166 | 0.0615 | 0.0003 | 0.0041 | 0.0018 |  |  |  | 0.0007 | 0.0025 |  |  |  |  |  |
| NiA BS 617 | a18 | 0.079 | 0.007 | 0.001 | 0.003 | 0.002 |  | 0.0001 |  |  |  |  | 0.001 |  |  |  |
| NiA BS 181A | a19 | 0.071 | 0.148 | 0.001 | 0.003 | 0.0009 |  |  |  |  | 0.005 |  | 0.001 |  |  |  |
| NiA SRM1160 | a20 | 0.019 |  | 0.001 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| NiA IARM 53F | a21 | 0.078 | 0.007 | 0.0022 | 0.001 | 0.0026 |  |  |  |  | 0.002 | 0.002 | 0.001 | 0.002 |  |  |
| NiA SRM1250 | a22 | 0.022 |  | 0.0025 |  | 0.0078 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| NiA IARM 24B | a23 | 0.053 | 0.0017 | 0.001 | 0.005 | 0.001 |  |  |  |  | 0.0018 | 0.005 | 0.003 |  |  |  |
| NiA SRM1276A | a24 |  |  | 0.008 | 0.001 | 0.0001 |  | 0.004 |  | 0.0004 |  |  |  | 0.023 |  |  |

附表2试验测试样品成分 *w*/%

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Standards | No | Sum (%) | Ni | Si | Mn | P | Cr | Cu | Mo | Nb | Fe | Co | Al | Ti | V | W |
| NiA BS 200-4 | b01 | 100.035 | 98.9 | 0.101 | 0.31 | 0.0023 | 0.132 | 0.0482 | 0.0013 | 0.001 | 0.297 | 0.0911 | 0.0057 | 0.0191 | 0.0024 | 0.00095 |
| NiA BS 750C | b02 | 100.095 | 71 | 0.071 | 0.056 | 0.0059 | 15.92 | 0.012 | 0.07 | 0.83 | 8.36 | 0.036 | 0.91 | 2.61 | 0.132 | 0.0028 |
| NiA BS H1C | b03 | 99.741 | 69.8 | 0.01 | 0.51 | 0.0049 | 0.7 | 0.002 | 27.2 | 0.009 | 1.29 | 0.01 | 0.15 | 0.008 | 0.02 | 0.009 |
| NiA 28X 6255 | b04 | 99.968 | 64.16 | 0.448 | 0.2034 | 0.0105 | 19.65 | 0.0647 | 8.32 | 4.09 | 2.03 | 0.164 | 0.334 | 0.346 |  |  |
| NiA 212X 05500 | b05 | 100.063 | 64.3 | 0.167 | 0.634 | 0.0031 | 0.073 | 29.91 |  |  | 1.162 | 0.009 | 3 | 0.632 |  |  |
| NiA BS 405A | b06 | 99.612 | 63.8 | 0.15 | 1.9 | 0.0037 | 0.0099 | 32.1 | 0.0031 | 0.0004 | 1.51 | 0.019 | 0.002 | 0.0021 | 0.002 | 0.0017 |
| NiA BS 400D | b07 | 99.810 | 63.4 | 0.146 | 0.993 | 0.001 | 0.0057 | 33 | 0.0024 |  | 2 | 0.032 | 0.0231 | 0.064 |  | 0.0004 |
| NiA YSBS 35504 | b08 | 99.976 | 61.8 | 1.01 | 0.597 | 0.049 | 0.375 | 0.019 | 27.94 | 0.056 | 5.94 | 1.7 | 0.016 | 0.034 | 0.212 | 0.096 |
| NiA YSBS 41502 | b09 | 99.750 | 63.72 | 0.071 | 0.124 | 0.0023 | 20.69 |  | 8.37 | 3.19 | 3.5 | 0.011 | 0.016 | 0.011 |  |  |
| NiA BS H2E | b10 | 100.004 | 58.3 | 0.03 | 0.55 | 0.005 | 15.85 | 0.007 | 15.98 | 0.009 | 5.41 | 0.032 | 0.35 | 0.007 | 0.15 | 3.28 |
| NiA BS H6B | b11 | 99.697 | 55.9 | 0.035 | 0.226 | 0.0054 | 22.3 | 0.035 | 14.05 | 0.1 | 3.45 | 0.079 | 0.23 | 0.05 | 0.0063 | 3.2 |
| NiA BS 718D | b12 | 99.816 | 52.5 | 0.072 | 0.1 | 0.0083 | 18.32 | 0.071 | 3 | 5.16 | 18.51 | 0.368 | 0.631 | 0.93 | 0.038 | 0.049 |
| NiA IARM Ni925-18 | b13 | 100.106 | 44.2 | 0.075 | 0.518 | 0.012 | 20.8 | 1.69 | 2.82 | 0.4 | 26.4 | 0.43 | 0.23 | 2.19 | 0.031 | 0.27 |
| NiA IARM Ni825-18 | b14 | 100.235 | 40.8 | 0.17 | 0.49 | 0.013 | 22.4 | 1.81 | 2.8 | 0.31 | 29.5 | 0.55 | 0.11 | 0.96 | 0.047 | 0.23 |
| NiA BS 825F | b15 | 100.114 | 38.9 | 0.59 | 0.521 | 0.018 | 23.2 | 1.78 | 3.19 | 0.02 | 30.7 | 0.064 | 0.081 | 0.91 | 0.086 | 0.015 |
| NiA IARM 100C | b16 | 99.948 | 20.5 | 0.442 | 0.97 | 0.013 | 21.9 | 0.11 | 3.06 | 0.174 | 31.1 | 17.9 | 0.34 | 0.013 | 0.037 | 2.47 |
| NiA YSBS 11364-660 | b17 | 100.000 | 24.74 | 0.685 | 1.39 | 0.014 | 14.18 | 0.09 | 1.17 | 0.115 | 54.71 | 0.18 | 0.225 | 2.11 | 0.263 | 0.075 |
| NiA IARM NiX-18 | b18 | 99.914 | 46.9 | 0.49 | 0.215 | 0.0107 | 22 | 0.046 | 8.6 | 0.024 | 19.2 | 1.43 | 0.24 | 0.017 | 0.037 | 0.55 |
| NiA BS 191 | b19 | 100.000 | 5.34 | 3.66 | 5.71 | 0.024 | 16.33 | 0.33 | 0.36 | 0.024 | 67.73 | 0.11 | 0.002 | 0.012 | 0.083 | 0.033 |

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Standards | No | Ta | C | N | S | As | B | Bi | Pb | Re | Sb | Sn | Zr | O | Hf | La |
| NiA BS 200-4 | b01 | 0.0003 | 0.107 | 0.00031 | 0.0076 | 0.0014 | 0.0037 |  | 0.00087 |  | 0.00004 | 0.0002 |  | 0.0015 |  |  |
| NiA BS 750C | b02 | 0.006 | 0.041 | 0.0031 | 0.0004 | 0.0009 | 0.0028 |  | 0.0001 |  | 0.00007 | 0.0012 | 0.022 | 0.0014 |  |  |
| NiA BS H1C | b03 | 0.009 | 0.0022 | 0.0005 |  | 0.001 | 0.001 |  |  |  |  | 0.002 | 0.001 | 0.0009 |  |  |
| NiA 28X 6255 | b04 | 0.093 | 0.0342 |  | 0.008 |  | 0.0101 |  | 0.0005 |  |  | 0.0012 |  |  |  |  |
| NiA 212X 05500 | b05 |  | 0.135 | 0.001 | 0.001 |  | 0.0015 |  |  |  |  |  | 0.0343 |  |  |  |
| NiA BS 405A | b06 |  | 0.051 | 0.001 | 0.041 | 0.0004 | 0.0007 |  | 0.0004 |  |  | 0.0004 | 0.012 | 0.0007 |  |  |
| NiA BS 400D | b07 | 0.009 | 0.13 | 0.00017 | 0.0006 |  | 0.0009 |  | 0.0004 |  |  | 0.00012 | 0.0003 | 0.0008 |  |  |
| NiA YSBS 35504 | b08 |  | 0.084 | 0.0013 | 0.031 |  |  |  |  |  |  |  | 0.016 |  |  |  |
| NiA YSBS 41502 | b09 | 0.001 | 0.043 |  | 0.0006 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| NiA BS H2E | b10 | 0.02 | 0.003 | 0.0119 | 0.00045 |  | 0.0028 |  | 0.002 |  |  | 0.001 | 0.002 | 0.0005 |  |  |
| NiA BS H6B | b11 |  | 0.008 | 0.0118 | 0.0005 | 0.0015 | 0.0016 |  |  |  | 0.006 |  |  | 0.0007 |  |  |
| NiA BS 718D | b12 | 0.0022 | 0.037 | 0.0084 | 0.0004 | 0.0011 | 0.0041 |  |  |  |  | 0.002 | 0.002 | 0.0015 |  |  |
| NiA IARM Ni925-18 | b13 | 0.005 | 0.0114 | 0.0033 | 0.0024 | 0.0012 | 0.0034 | 0.005 |  |  |  | 0.0012 |  | 0.0011 |  |  |
| NiA IARM Ni825-18 | b14 | 0.0011 | 0.006 | 0.0093 | 0.003 | 0.002 | 0.0023 | 0.001 | 0.001 | 0.0039 | 0.004 | 0.0023 | 0.002 | 0.002 | 0.005 |  |
| NiA BS 825F | b15 |  | 0.012 | 0.0085 | 0.005 | 0.004 | 0.0023 |  | 0.0008 |  |  | 0.0036 | 0.002 | 0.0009 |  |  |
| NiA IARM 100C | b16 | 0.67 | 0.103 | 0.127 | 0.0004 |  | 0.002 |  |  |  |  |  | 0.005 | 0.0014 |  | 0.008 |
| NiA YSBS 11364-660 | b17 |  | 0.05 |  | 0.0012 |  | 0.0039 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| NiA IARM NiX-18 | b18 | 0.005 | 0.08 | 0.042 | 0.005 | 0.002 | 0.0038 |  |  | 0.004 |  | 0.0017 | 0.005 | 0.0012 | 0.005 |  |
| NiA BS 191 | b19 | 0.002 | 0.098 | 0.117 | 0.023 | 0.005 | 0.0006 |  |  |  |  | 0.006 |  | 0.002 |  |  |

附表3测试样品及控制样品

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **序号** | **编号** | **C%** | **N%** | **序号** | **编号** | **C%** | **N%** |
| a01 | *NiA BS 200-1* | 0.0413 | 0.0002 | b01 | NiA BS 200-4 | 0.107 | 0.00031 |
| a02 | *NiA IARM 57E* | 0.06 | 0.0025 | b02 | NiA BS 750C | 0.041 | 0.0031 |
| a03 | *NiA IARM 63D* | 0.0079 |  | b03 | NiA BS H1C | 0.0022 | 0.0005 |
| a04 | *NiA 28X 6256* | 0.0173 | 0.007 | b04 | NiA 28X 6255 | 0.0342 |  |
| a05 | *NiA BS 500E* | 0.134 | 0.00025 | b05 | NiA 212X 05500 | 0.135 | 0.001 |
| a06 | *NiA IARM 51D* | 0.139 |  | b06 | NiA BS 405A | 0.051 | 0.001 |
| a07 | *NiA 212X 04400* | 0.157 | 0.0005 | b07 | NiA BS 400D | 0.13 | 0.00017 |
| a08 | *NiA 215X HB4* | 0.0843 | 0.0013 | b08 | NiA YSBS 35504 | 0.084 | 0.0013 |
| a09 | *NiA BS 625E* | 0.049 | 0.0074 | b09 | NiA YSBS 41502 | 0.043 |  |
| a10 | *NiA IARM NiC276-18* | 0.0032 | 0.017 | b10 | NiA BS H2E | 0.003 | 0.0119 |
| a11 | *NiA IARM 65D* | 0.0021 | 0.019 | b11 | NiA BS H6B | 0.008 | 0.0118 |
| a12 | *NiA CRM 351/1* | 0.0255 | 0.0077 | b12 | NiA BS 718D | 0.037 | 0.0084 |
| a13 | *NiA BS 925A* | 0.01 | 0.0039 | b13 | NiA IARM Ni925-18 | 0.0114 | 0.0033 |
| a14 | *NiA SRM1247* | 0.021 | 0.017 | b14 | NiA IARM Ni825-18 | 0.006 | 0.0093 |
| a15 | *NiA BS 925* | 0.011 | 0.0042 | b15 | NiA BS 825F | 0.012 | 0.0085 |
| a16 | *NiA CRM 387/1* | 0.033 |  | b16 | NiA IARM 100C | 0.103 | 0.127 |
| a17 | *NiA CRM 295-1* | 0.0166 | 0.0615 | b17 | NiA YSBS 11364-660 | 0.05 |  |
| a18 | *NiA BS 617* | 0.079 | 0.007 | b18 | NiA IARM NiX-18 | 0.08 | 0.042 |
| a19 | *NiA BS 181A* | 0.071 | 0.148 | b19 | NiA BS 191 | 0.098 | 0.117 |
| a20 | *NiA SRM1160* | 0.019 |  |  |  |  |  |
| a21 | *NiA IARM 53F* | 0.078 | 0.007 |  |  |  |  |
| a22 | *NiA SRM1250* | 0.022 |  |  |  |  |  |
| a23 | *NiA IARM 24B* | 0.053 | 0.0017 |  |  |  |  |
| a24 | *NiA SRM1276A* |  |  |  |  |  |  |