



中华人民共和国国家标准

GB/T 4698.27—202×

代替GB/T 4698.27-2017

海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 第27部分：合金及杂质元素的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of titanium sponge ,
titanium and titanium alloys—

Part 27:Determination of alloying and impurity elements content—
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

(预审稿)

××××-××-××发布

××××-××-××实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是 GB/T 4698《钛及钛合金化学分析方法》的第 27 部分。GB/T 4698 已经发布了以下部分：

- 第 1 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 2 部分：铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法、火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 3 部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 4 部分：锰量的测定 高碘酸盐分光光度法；
- 第 5 部分：钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 第 6 部分：硼量的测定 姜黄素分光光度法；
- 第 7 部分：氧量、氮量的测定 惰气熔融-红外吸收/热导法和蒸馏分离-奈斯勒试剂分光光度法；
- 第 8 部分：铝量的测定 碱分离-EDTA 络合滴定法；
- 第 9 部分：锡量的测定 碘酸钾滴定法；
- 第 10 部分：铬量的测定 硫酸亚铁铵滴定法；
- 第 12 部分：钒量的测定 硫酸亚铁铵滴定法；
- 第 13 部分：钴量的测定 EDTA 滴定法；
- 第 14 部分：碳量的测定 高频燃烧-红外吸收法；
- 第 15 部分：氢量的测定 惰气熔融-红外吸收法/热导法；
- 第 17 部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 18 部分：锡量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 19 部分：钨量的测定 硫氰酸盐示差分光光度法；
- 第 21 部分：多元素杂质量的测定 原子发射光谱法；
- 第 22 部分：铋量的测定 5-Br-PADAP 分光光度法；
- 第 23 部分：铍量的测定 氯化亚锡-碘化钾分光光度法；
- 第 24 部分：镍量的测定 丁二酮肟分光光度法；
- 第 25 部分：氯量的测定 氯化银比浊法；
- 第 26 部分：钽和钨量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 27 部分：合金及杂质元素的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 28 部分：钨量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 29 部分：铝、碳、铬、铜、铁、锰、钼、镍、硅、锡、钒、钴含量的测定 光电直读光谱法。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）归口。

本文件起草单位：宝钛集团有限公司，宝鸡钛业股份有限公司，××

本文件主要起草人：××。

引 言

钛合金具有比强度高、耐腐蚀性好、耐热、耐低温等特点，广泛应用于航空、航天、核能、武器装备、海洋、化工等领域。电感耦合等离子体原子发射光谱法（ICP-AES）以其灵敏度高、精密度好、线性范围宽、可同时进行多种元素分析、检测效率高等优点，已广泛应用于钛及钛合金中元素含量的测定。

GB/T 4698 旨在确立钛及钛合金化学分析方法，由 29 部分组成。

- 第 1 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法。目的在于确立铜含量的测定方法。
- 第 2 部分：铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法、火焰原子吸收光谱法。目的在于确立铁含量的测定方法。
- 第 3 部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法。目的在于确立硅含量的测定方法。
- 第 4 部分：锰量的测定 高碘酸盐分光光度法。目的在于确立锰含量的测定方法。
- 第 5 部分：钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法。目的在于确立钼含量的测定方法。
- 第 6 部分：硼量的测定 姜黄素分光光度法。目的在于确立硼含量的测定方法。
- 第 7 部分：氧量、氮量的测定 惰气熔融-红外吸收/热导法和蒸馏分离-奈斯勒试剂分光光度法。目的在于确立氧含量和氮含量的测定方法。
- 第 8 部分：铝量的测定 碱分离-EDTA 络合滴定法。目的在于确立铝含量的测定方法。
- 第 9 部分：锡量的测定 碘酸钾滴定法。目的在于确立锡含量的测定方法。
- 第 10 部分：铬量的测定 硫酸亚铁铵滴定法。目的在于确立铬含量的测定方法。
- 第 12 部分：钒量的测定 硫酸亚铁铵滴定法。目的在于确立钒含量的测定方法。
- 第 13 部分：钴量的测定 EDTA 滴定法。目的在于确立钴含量的测定方法。
- 第 14 部分：碳量的测定 高频燃烧-红外吸收法。目的在于确立碳含量的测定方法。
- 第 15 部分：氢量的测定 惰气熔融-红外吸收法/热导法。目的在于确立氢含量的测定方法。
- 第 17 部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法。目的在于确立镁含量的测定方法。
- 第 18 部分：锡量的测定 火焰原子吸收光谱法。目的在于确立锡含量的测定方法。
- 第 19 部分：钨量的测定 硫氰酸盐示差分光光度法。目的在于确立钨含量的测定方法。
- 第 21 部分：多元素杂质量的测定 原子发射光谱法。目的在于确立多元素杂质含量的测定方法。
- 第 22 部分：铋量的测定 5-Br-PADAP 分光光度法。目的在于确立铋含量的测定方法。
- 第 23 部分：铍量的测定 氯化亚锡-碘化钾分光光度法。目的在于确立铍含量的测定方法。
- 第 24 部分：镍量的测定 丁二酮肟分光光度法。目的在于确立镍含量的测定方法。
- 第 25 部分：氯量的测定 氯化银比浊法。目的在于确立氯含量的测定方法。
- 第 26 部分：钽和钨含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的在于确立钽和钨含量的测定方法。
- 第 27 部分：合金及杂质元素的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 28 部分：钨量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的在于确立钨含量的测定方法。
- 第 29 部分：铝、碳、铬、铜、铁、锰、钼、镍、硅、锡、钒、钴含量的测定 光电直读光谱法。目的在于确立铝、碳、铬、铜、铁、锰、钼、镍、硅、锡、钒、钴含量的测定方法。

本文件的制定完善了钛及钛合金的生产产业链，对提高钛及钛合金产品质量、扩大应用领域、开拓产品市场具有重要意义。

海绵钛、钛及钛合金化学分析方法

第 27 部分：合金及杂质元素的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本标准规定了海绵钛、钛及钛合金中铝、硼、铍、钴、铬、铜、铁、铟、铅、镁、锰、钼、铌、钽、镍、铅、钡、钒、硅、锡、钽、钒、钨、钇、锌、锆元素含量的测定方法。

本标准适用于海绵钛、钛及钛合金中合金及杂质元素的测定。各元素测定范围见表 1。

表 1 各元素的测定范围

元素	测定范围 %	元素	测定范围 %
Al	0.005~40.00	Nd	0.010~3.00
B	0.0010~0.20	Ni	0.001~2.00
Bi	0.010~0.20	Pb	0.010~0.20
Co	0.005~0.20	Pd	0.005~0.50
Cr	0.005~20.00	Ru	0.005~0.50
Cu	0.005~5.00	Si	0.010~1.00
Fe	0.005~5.00	Sn	0.010~12.00
Er	0.005~0.20	Ta	0.005~2.50
Hf	0.005~2.00	V	0.005~30.00
Mg	0.001~0.20	W	0.005~2.50
Mn	0.001~3.00	Y	0.0005~0.20
Mo	0.005~35.00	Zn	0.001~0.20
Nb	0.005~50.00	Zr	0.005~15.00

2 规范性引用文件

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

- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 17433 冶金产品化学分析基础术语
- GB/T 2524 海绵钛
- GB/T 31981 钛及钛合金化学成分分析取制样方法

3 术语和定义

GB/T 17433 界定的术语和定义适用于本文件。

4 原理

试料用无机酸进行溶解,用电感耦合等离子体原子发射光谱法进行测定,于各元素选定的波长处测量其发射强度。采用工作曲线法计算各元素的质量浓度,以质量分数表示测定结果。

5 试剂或材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为优级纯的试剂。

5.1 水,GB/T 6682,二级。

5.2 盐酸($\rho=1.19\text{ g/mL}$)。

5.3 氢氟酸($\rho=1.13\text{ g/mL}$)。

5.4 硝酸($\rho=1.42\text{ g/mL}$)。

5.5 盐酸(1+1)。

5.6 硝酸(1+1)。

5.7 硫酸(1+1)。

5.8 金属钛(质量分数大于99.99%,且硼、镁、锰、镍、钇、锌元素的质量分数不大于0.0001%,其他单一杂质元素含量不大于0.001%)。

5.9 钛及钛合金系列实物标准样品:采用市售有证的标准样品。

5.10 标准贮存溶液:可采用市售能够量值溯源的有证标准溶液,也可以按照5.11~5.43配制方式进行配制使用。

5.11 铝标准贮存溶液:称取5.0000 g金属铝($w_{\text{Al}}\geq 99.99\%$)于500 mL烧杯中,加入100 mL盐酸(5.5),低温加热溶解,冷却,移入500 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含10.0 mg铝。

5.12 铝标准溶液:移取10.00 mL铝标准贮存溶液(5.11)移入100 mL容量瓶中,补加5 mL盐酸(5.2),用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1.0 mg铝。

5.13 硼标准贮存溶液:称取5.7194 g硼酸($w_{\text{H}_3\text{BO}_3}\geq 99.99\%$)于500 mL烧杯中,加入200 mL水,微热使其溶解,冷却,移入1000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,储存在聚乙烯瓶中。此溶液1 mL含1.0 mg硼。

5.14 铍标准贮存溶液:称取1.0000 g金属铍($w_{\text{Be}}\geq 99.99\%$)于250 mL烧杯中,加入50 mL硝酸(5.6),加热溶解,冷却,移入1000 mL容量瓶中,补加80 mL盐酸(5.5),用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1.0 mg铍。

5.15 铜标准贮存溶液:称取1.0000 g金属铜($w_{\text{Cu}}\geq 99.99\%$)于250 mL烧杯中,加入50 mL硝酸(5.6),加热溶解,冷却,移入1000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1.0 mg铜。

5.16 钴标准贮存溶液:称取1.0000 g金属钴($w_{\text{Co}}\geq 99.99\%$)于250 mL烧杯中,加入50 mL硝酸(5.6),加热溶解,冷却,移入1000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1.0 mg钴。

5.17 铬标准贮存溶液:称取5.0000 g金属铬($w_{\text{Cr}}\geq 99.99\%$)于500 mL烧杯中,加入100 mL盐酸(5.5),加热溶解,冷却,移入500 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含10.0 mg铬。

5.18 铬标准溶液:移取10.00 mL铬标准贮存溶液(5.16)移入100 mL容量瓶中,补加5 mL硝酸(5.4),5 mL盐酸(5.2)用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1.0 mg铬。

5.19 铟标准贮存溶液:称取1.1435 g三氧化二铟($w_{\text{In}_2\text{O}_3}\geq 99.99\%$)于150 mL烧杯中,加入30 mL盐酸(5.5),加热溶解,冷却,移入1000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1.0 mg铟。

5.20 铁标准贮存溶液:称取1.0000 g金属铁($w_{\text{Fe}}\geq 99.99\%$)于150 mL烧杯中,加入50 mL盐酸(5.2),

加热溶解，冷却，移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 铁。

5.21 铊标准贮存溶液：称取 1.0000 g 金属铊 ($w_{\text{Hf}} \geq 99.95\%$) 于 150 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 20 mL 盐酸 (5.2)，再分次加入 5 mL 氢氟酸 (5.3) 使其溶解，冷却，移入 1000 mL 塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 铊。

5.22 镁标准贮存溶液：称取 1.0000 g 金属镁 ($w_{\text{Mg}} \geq 99.99\%$) 于 250 mL 烧杯中，加入 50 mL 盐酸 (5.5)，加热溶解，冷却，移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 镁。

5.23 锰标准贮存溶液：称取 1.0000 g 金属锰 ($w_{\text{Mn}} \geq 99.95\%$) 于 500 mL 烧杯中，加入 100 mL 硝酸 (5.6)，低温加热溶解，冷却，移入 1000 mL 容量瓶中，加入 50 mL 硝酸 (5.4)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 锰。

5.24 钼标准贮存溶液：称取 5.0000 g 金属钼 ($w_{\text{Mo}} \geq 99.95\%$) 于 500 mL 烧杯中，加入 100 mL 混合酸 ($\text{HCl} + \text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O} = 3+2+1$)，低温加热溶解，冷却，移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10.0 mg 钼。

5.25 钼标准溶液：移取 10.00 mL 钼标准贮存溶液 (5.23) 移入 100 mL 容量瓶中，补加 5 mL 硝酸 (5.4)，5 mL 盐酸 (5.2)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 钼。

5.26 铌标准贮存溶液：称取 5.0000 g 金属铌 ($w_{\text{Nb}} \geq 99.95\%$) 于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 50 mL 硝酸 (5.6)，再分次加入 25 mL 氢氟酸 (5.3)，盖上聚四氟乙烯表面皿，低温加热溶解，冷却，移入 500 mL 聚乙烯容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10.0 mg 铌。

5.27 铌标准溶液：移取 10.00 mL 铌标准贮存溶液 (5.25) 移入 100 mL 聚乙烯容量瓶中，补加 5 mL 硝酸 (5.4)，5 mL 氢氟酸 (5.3)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 铌。

5.28 铈标准贮存溶液：准确称取 1.1664 g 经 850℃灼烧 1h 的氧化铈 ($w_{\text{Nd}_2\text{O}_5} \geq 99.99\%$) 于 300 mL 烧杯中，加入 40 mL 硝酸 (5.6)，低温加热溶解完全，取下冷却，移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 铈。

5.29 铈标准溶液：移取 10.00 mL 铈标准贮存溶液 (5.27) 移入 100 mL 容量瓶中，补加 5 mL 硝酸 (5.4)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铈。

5.30 镍标准贮存溶液：称取 1.0000 g 金属镍 ($w_{\text{Ni}} \geq 99.99\%$) 于 500 mL 烧杯中，加入 100 mL 硝酸 (5.6)，低温加热溶解，继续加热到无棕色烟雾产生，冷却，移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 镍。

5.31 铅标准贮存溶液：称取 1.0000 g 金属铅 ($w_{\text{Pb}} \geq 99.99\%$) 于 150 mL 烧杯中，加入 40 mL 硝酸 (5.6)，低温加热溶解，继续加热到无棕色烟雾产生，冷却，移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 铅。

5.32 钯标准贮存溶液：称取 0.5000 g 金属钯 ($w_{\text{Pd}} \geq 99.99\%$) 于 250 mL 烧杯中，加入 30 mL 王水 ($\text{HCl} + \text{HNO}_3 = 3+1$)，加热溶解，蒸干；加入 5 mL 盐酸 (5.2)，蒸干；再加入 50 mL 盐酸 (5.5)，加热溶解盐类，冷却，移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 钯。

5.33 钨标准贮存溶液：称取 1.2935 g 三氯化钨 ($w_{\text{RuCl}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}} \geq 99.99\%$) 于 250 mL 烧杯中，加入 50 mL 盐酸 (5.5)，微热溶解，冷却，移入 500 mL 容量瓶中，补加 50 mL 盐酸 (5.5)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 钨。

5.34 硅标准贮存溶液：称取 0.2139 g 二氧化硅 ($w_{\text{SiO}_2} \geq 99.99\%$) 于铂坩埚中，加入 2.00g 无水碳酸钠 ($w_{\text{Na}_2\text{CO}_3} \geq 99.995\%$)，混匀，于 1000℃加热完全熔融，冷却，溶于水，移入 100 mL 聚乙烯容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，储存在塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 硅。

5.35 锡标准贮存溶液：称取 1.0000 g 金属锡 ($w_{\text{Sn}} \geq 99.99\%$) 于 500 mL 烧杯中，加入 100 mL 盐酸 (5.2)，低温溶解，冷却，移入 1000 mL 容量瓶中，补加 50 mL 盐酸 (5.2)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL

含 1.0 mg 锡。

5.36 钽标准贮存溶液：称取 1.0000 g 金属钽 ($w_{Ta} \geq 99.95\%$) 于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 25 mL 硝酸 (5.4)，加入 25 mL 氢氟酸 (5.3)，盖上聚四氟乙烯表面皿，低温加热溶解，冷却，移入 1000 mL 聚乙烯容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 钽。

5.37 钷标准贮存溶液：称取 8.9258 g 五氧化二钷 ($w_{V2O5} \geq 99.99\%$) 于 500 mL 烧杯中，加入 150 mL 盐酸 (5.2)，低温 ($\leq 75^\circ\text{C}$) 加热溶解，冷却，移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10.0 mg 钷。

5.38 钷标准溶液：移取 10.00 mL 钷标准贮存溶液 (5.36) 移入 100 mL 容量瓶中，补加 5 mL 硝酸 (5.4)，5 mL 盐酸 (5.2) 用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 钷。

5.39 钨标准贮存溶液：称取 1.7942 g 钨酸钠 ($w_{Na2WO4 \cdot 2H2O} \geq 99.90\%$) 于 150 mL 烧杯中，加入 50 mL 水，加热溶解，冷却，移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 钨。

5.40 铀标准贮存溶液：称取 1.2699 g 三氧化二铀 ($w_{U2O3} \geq 99.99\%$) 于 150 mL 烧杯中，加入 30 mL 盐酸 (5.5)，加热溶解，冷却，移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 铀。

5.41 锌标准贮存溶液：称取 1.0000 g 金属锌 ($w_{Zn} \geq 99.99\%$) 于 250 mL 烧杯中，加入 30 mL 盐酸 (5.5)，使其溶解完全，冷却，移入 1000 mL 容量瓶中，补加 80 mL 盐酸 (5.5)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 锌。

5.42 锆标准贮存溶液：称取 3.5326 g 氯化锆 ($w_{ZrOCl2 \cdot 8H2O} \geq 99.99\%$) 于 250 mL 烧杯中，加入 50 mL 水，搅拌至溶解，移入 100 mL 容量瓶中，补加 10 mL 盐酸 (5.2)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10.0 mg 锆。

5.43 锆标准溶液：移取 10.00 mL 锆标准贮存溶液 (5.41) 移入 100 mL 容量瓶中，补加 5 mL 硝酸 (5.4)，5 mL 盐酸 (5.2) 用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 锆。

5.44 混合标准溶液 A：分别移取 10.00 mL 各标准贮存溶液 (5.13、5.19、5.22、5.23、5.30、5.40、5.41) 于 100 mL 塑料容量瓶中，补加 5 mL 硝酸 (5.4)，5 mL 盐酸 (5.2) 用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 硼、钪、镁、锰、镍、钇、锌。

5.45 混合标准溶液 B：移取 10.00 mL 混合标准溶液 A (5.44) 于 100 mL 塑料容量瓶中，补加 5 mL 硝酸 (5.4)，5 mL 盐酸 (5.2) 用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 硼、钪、镁、锰、镍、钇、锌。

5.46 混合标准溶液 C：分别移取 10.00 mL 各标准贮存/稀释溶液 (5.12、5.15、5.16、5.18、5.19、5.20、5.21、5.25) 于 100 mL 塑料容量瓶中，补加 5 mL 硝酸 (5.4)，5 mL 盐酸 (5.2) 用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铝、铜、钴、铬、钼、铁、钨、钼。

5.47 混合标准溶液 D：分别移取 10.00 mL 各标准贮存/稀释溶液 (5.27、5.32、5.33、5.36、5.38、5.39、5.43) 于 100 mL 塑料容量瓶中，补加 5 mL 硝酸 (5.4)，5 mL 盐酸 (5.2)，1 mL 氢氟酸 (5.3)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铌、钽、钒、钽、钷、钨、锆。

5.48 混合标准溶液 E：分别移取 10.00 mL 各标准贮存/稀释溶液 (5.14、5.16、5.34、5.35) 于 100 mL 塑料容量瓶中，补加 5 mL 硝酸 (5.4)，5 mL 盐酸 (5.2) 用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铋、铅、硅、锡。

注 1：配制多元素杂质标准溶液时互有化学干扰、产生沉淀及互有光谱干扰的元素宜分组配制，并选择合适的介质。

5.49 内标溶液（根据实际情况选用；如使用内标元素，内标元素应不干扰本方法中的被测元素）。

5.50 氩气（体积分数不小于 99.99%）。

6 仪器设备

电感耦合等离子体原子发射光谱仪，具备耐氢氟酸进样系统。推荐分析谱线见表 2。

表 2 各元素推荐分析谱线

元素	分析谱线 nm	可能的干扰元素	元素	分析谱线 nm	可能的干扰元素
Al	394.40	Nb	Nb	309.41	V
	396.15	Mo Zr Nb		292.78	Ti
B	249.77	Fe Ta	Nd	410.95	—
Bi	190.17	W	Pb	217.00	Nb Mo V
Co	230.78	Mo Ni W		220.35	Nb
	238.89	Fe Ta	Pd	340.45	Zr
Cr	267.71	—	Ru	240.27	Fe Nb
	283.56	Ti V Fe	Si	251.61	Mo W
Cu	213.59	Mo		288.16	Ta W
	224.70	Nb Mo		185.07	—
	324.75	Nb Mo	Sn	189.92	Ti
	327.39	Nb Mo		242.17	Mo
Er	369.27	—		242.94	Fe
Fe	238.20	Ru	Ta	240.06	—
	259.94	Nb	V	292.40	—
Hf	232.24	Mo		309.31	Al
	277.33	Nb		310.23	—
Mg	280.27	Ti V	W	207.91	—
	279.55	Ti W	Y	360.07	—
Mn	257.61	Nb	Zn	202.54	Nb
	260.56	Mo		213.85	Ni
Mo	202.03	—	Zr	339.20	Mo
Ni	231.60	Ta		343.82	—
Nb	269.70	V Mo	—	—	—

7 样品

按照已颁布的 GB/T 2524、GB/T 31981 等制取样标准进行。

8 试验步骤

8.1 试料

称取 0.10 g 样品 (7)，当 0.10 g 试样的测定下限不能满足本方法的测定范围下限时，称取 0.50 g 样品 (7)，精确至 0.1 mg。

8.2 空白试验

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

8.3 分析试液的制备

8.3.1 溶样方法 I

8.3.1.1 此溶样方法适用于钛及钛合金中铝、硼、铍、钴、铬、铜、铁、钎、镁、锰、钼、铌、镍、铅、钽、硅、锡、钽、钒、钨、锌、锆、钇(0.0005%~0.0050%)含量的测定。

8.3.1.2 将试料 (8.1) 置于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 5 mL~10 mL 水，加入 2 mL 氢氟酸 (5.3)，待溶解反应停止，滴加 2 mL 硝酸 (5.4) 至试料溶解完全且溶液清亮；若部分试料溶解不完全，可以采用低温加热的方式使试料溶解完全；当待测元素包括硼和硅时，加热温度不宜过高，一般不超过(≤ 70 °C)溶解；冷却，移入 100 mL 聚乙烯容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

8.3.2 溶样方法 II

8.3.2.1 此溶样方法适用于钛及钛合金中钒、TB7(Ti-32Mo)中钼含量的测定。

8.3.2.2 将试料 (8.1) 置于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中，预先加入 10 mL~15 mL 盐酸 (5.5)，再分次加入 2 mL 氢氟酸 (5.3)，待溶解反应停止，滴加 2 mL 硝酸 (5.4) 至试料溶解完全且溶液清亮；若部分试料溶解不完全，可以采用低温加热的方式使试料溶解完全，冷却，移入 100 mL 聚乙烯容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

8.3.3 溶样方法 III

8.3.3.1 此溶样方法仅适用于钛及钛合金中铟、钇 (>0.0050%-0.20%)、铍含量的测定。

8.3.3.2 将试料 (8.1) 置于 250 mL 烧杯中，加入 15 mL 硫酸 (5.7)，缓慢加热至试样溶解完全，滴加 1 mL 硝酸 (5.4) 至溶液紫色消失，继续加热驱除氮的氧化物，冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

注 2：分析试液制备过程若以非在线加入方式使用内标，则在最终溶液用水稀释前加入内标溶液。

注 3：当样品均匀性欠佳时，可按比例扩大样品称量质量及定容体积，确保各元素进样浓度的一致性。

8.4 工作曲线溶液的配制

8.4.1 标准溶液配制的工作曲线溶液

8.4.1.1 待测元素质量分数为 0.0005%~0.20%

称取一系列与试料 (8.1) 中含钛量相当的钛基体 (5.8) 于一组 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中，当合金成分影响待测元素测定结果，则在钛基体里加入与试料合金成分质量相当的标准溶液进行完全合金匹配，并按照 8.3.1 或 8.3.2 步骤进行溶解，冷却，转入 100 mL 聚乙烯容量瓶中，按照表 3 加入待测元素标准溶液，用水稀释至刻度，混匀。

表 3 待测元素校准点

元素	质量分数/%	加入的 标准溶液编号	加入标准溶液的体积/mL						
			1	2	3	4	5	6	7
Y	0.0005~0.0050	混合标准溶液 B(5.45)	0	0.05	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50
B、Mg、Mn、Ni、 Zn	0.0010~0.20	混合标准溶液 B(5.45)	0	0.10	0.50	1.00	5.00	10.00	20.00
Al、Cu、Co、Cr、 Fe、Hf、Mo	0.0050~0.20	混合标准溶液 C(5.46)	0	—	0.05	0.10	0.50	1.00	2.00
Nb、Pd、Ru、Ta、 V、W、Zr	0.0050~0.20	混合标准溶液 D(5.47)	0	—	0.05	0.10	0.50	1.00	2.00
Bi、Pb、Si、Sn	0.010~0.20	混合标准溶液 E(5.48)	0	—	0.10	0.30	0.50	1.00	2.00

当 0.10g 试样的测定下限不能满足产品标准所要求的控制限时，称取一系列与 0.50g 样品（7）中含钛量相当的钛基体（5.8）于一组 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中，当合金成分影响待测元素测定结果，则在钛基体里加入与试料合金成分质量相当的标准溶液进行完全合金匹配，并按照 8.3.1 或 8.3.2 步骤进行溶解，冷却，转入 100 mL 聚乙烯容量瓶中，按照表 4 加入待测元素标准溶液，用水稀释至刻度，混匀。

表 4 待测元素校准点

元素	质量分数/%	加入的 标准溶液编号	加入标准溶液的体积/mL						
			1	2	3	4	5	6	7
Y	0.0005~0.0050	混合标准溶液 B(5.45)	0	0.25	0.50	1.00	1.50	2.00	2.50
B、Mg、Mn、Ni、 Zn	0.0010~0.20	混合标准溶液 A(5.44)	0	0.05	0.25	0.50	2.50	5.00	10.00
Al、Cu、Co、Cr、 Fe、Hf、Mo	0.0050~0.20	混合标准溶液 C(5.46)	0	—	0.25	0.50	2.50	5.00	10.00
Nb、Pd、Ru、Ta、 V、W、Zr	0.0050~0.20	混合标准溶液 D(5.47)	0	—	0.25	0.50	2.50	5.00	10.00
Bi、Pb、Si、Sn	0.010~0.20	混合标准溶液 E(5.48)	0	—	0.50	1.50	2.50	5.00	10.00

8.4.1.2 待测元素质量分数为大于 0.20%~5.00%

称取一系列与试料（8.1）中含钛量相当的钛基体（5.8）于一组 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中，当合金成分影响待测元素测定结果，则在钛基体里加入与试料合金成分质量相当的标准溶液进行完全合金匹配，并按照 8.3.1 或 8.3.2 步骤进行溶解，冷却，转入 100 mL 聚乙烯容量瓶中，按照表 5 加入待测元素标准溶液，用水稀释至刻度，混匀。

表 5 待测元素校准点

元素	质量分数/%	加入的 标准溶液编号	加入标准溶液的体积/mL					
			1	2	3	4	5	6
Al	>0.20~5.00	5.12	0	0.20	0.50	1.00	3.00	5.00
Cr	>0.20~5.00	5.18	0	0.20	0.50	1.00	3.00	5.00
Cu	>0.20~5.00	5.15	0	0.20	0.50	1.00	3.00	5.00
Fe	>0.20~5.00	5.20	0	0.20	0.50	1.00	3.00	5.00
Hf	>0.20~2.00	5.21	0	0.20	0.50	1.00	1.50	2.00
Mn	>0.20~3.00	5.23	0	0.20	0.50	1.00	2.00	3.00
Mo	>0.20~5.00	5.25	0	0.20	0.50	1.00	3.00	5.00
Nb	>0.20~5.00	5.27	0	0.20	0.50	1.00	3.00	5.00
Ni	>0.20~2.00	5.30	0	0.20	0.50	1.00	1.50	2.00
Pd	>0.20~0.50	5.32	0	0.20	0.25	0.30	0.40	0.50
Ru	>0.20~0.50	5.33	0	0.20	0.25	0.30	0.40	0.50
Si	>0.20~1.00	5.34	0	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00

表5 待测元素校准点(续)

元素	质量分数/%	加入的标准溶液编号	加入标准溶液的体积/mL					
			1	2	3	4	5	6
Sn	>0.20~5.00	5.35	0	0.20	0.50	1.00	3.00	5.00
Ta	>0.20~2.50	5.36	0	0.20	0.50	1.00	2.00	2.50
V	>0.20~5.00	5.38	0	0.20	0.50	1.00	3.00	5.00
W	>0.20~2.50	5.39	0	0.20	0.50	1.00	2.00	2.50
Zr	>0.20~5.00	5.43	0	0.20	0.50	1.00	3.00	5.00

8.4.1.3 待测元素质量分数为大于5.00%~50.00%

称取一系列与试料(8.1)中含钛量相当的钛基体(5.8)于一组250 mL聚四氟乙烯烧杯中,当合金成分影响待测元素测定结果,则在钛基体里加入与试料合金成分质量相当的标准溶液进行完全合金匹配,并按照8.3.1或8.3.2步骤进行溶解,冷却,转入100 mL聚乙烯容量瓶中,按照表6加入待测元素标准溶液,用水稀释至刻度,混匀。

表6 待测元素校准点

元素	质量分数/%	加入的标准溶液编号	加入标准溶液的体积/mL						
			1	2	3	4	5	6	7
Al	>5.00~40.00	5.11	0	0.50	1.00	1.50	2.00	3.00	4.00
Cr	>5.00~20.00	5.17	0	0.50	0.70	0.90	1.00	1.50	2.00
Mo	>5.00~35.00	5.24	0	0.50	1.00	1.50	2.00	3.00	3.50
Nb	>5.00~50.00	5.26	0	0.50	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
Sn	>5.00~12.00	5.35	0	5.00	7.00	9.00	10.00	11.00	12.00
V	>5.00~30.00	5.37	0	0.50	1.00	1.50	2.00	2.50	3.00
Zr	>5.00~15.00	5.42	0	0.50	0.70	0.90	1.10	1.30	1.50

8.4.1.4 钇、铒、钕元素质量分数为0.005%~0.20%

称取一系列与试料(8.1)中含钛量相当的钛基体(5.8)于一组250 mL烧杯中,当合金成分影响待测元素测定结果,则在钛基体里加入与试料合金成分质量相当的标准溶液进行完全合金匹配,按照8.3.3步骤进行溶解,冷却,转入100 mL容量瓶中,按照表7加入待测元素标准溶液,用水稀释至刻度,混匀。

表7 待测元素校准点

元素	质量分数/%	加入的标准溶液编号	加入标准溶液的体积/mL					
			1	2	3	4	5	6
Y	>0.0050~0.20	混合标准溶液A(5.44)	0	0.05	0.10	0.50	1.00	2.00
Er	0.0050~0.20	混合标准溶液C(5.46)	0	0.05	0.10	0.50	1.00	2.00
Nd	0.010~0.20	5.29	0	0.10	0.30	0.50	1.00	2.00

当0.10g试样的测定下限不能满足产品标准所要求的控制限时,称取一系列与0.50g样品(7)中含钛量相当的钛基体(5.8)于一组250 mL烧杯中,当合金成分影响待测元素测定结果,则在钛基体里加入与试料合金成分质量相当的标准溶液进行完全合金匹配,并按照8.3.3步骤进行溶解,冷却,转入100 mL容量瓶中,按照表8加入待测元素标准溶液,用水稀释至刻度,混匀。

表8 待测元素校准点

元素	质量分数/%	加入的标准溶液编号	加入标准溶液的体积/mL					
			1	2	3	4	5	6
Y	>0.0050~0.20	混合标准溶液A(5.44)	0	0.25	0.50	2.50	5.00	10.00
Er	0.0050~0.20	混合标准溶液C(5.46)	0	0.25	0.50	2.50	5.00	10.00
Nd	0.010~0.20	5.29	0	0.50	1.50	2.50	5.00	10.00

8.4.1.5 钽元素元素质量分数为大于0.20%~3.00%

称取一系列与试料(8.1)中含钽量相当的钽基体(5.8)于一组250 mL烧杯中,按照8.3.3步骤进行溶解,冷却,转入100 mL容量瓶中,分别加入0 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL、3.00 mL钽标准贮存溶液(5.28),用水稀释至刻度,混匀。

注4:标准溶液制备过程若以非在线加入方式使用内标,则在最终溶液用水稀释前加入内标溶液。

注5:以上8.4.1.1~8.4.1.5工作曲线的绘制也可根据实际情况适当增加或调整标准曲线的校准点。

8.4.2 实物标准样品制备的工作曲线溶液

也可以采用与试料基体一致、待测元素质量分数呈梯度变化的一系列实物标准样品(5.9),称取与试料相当的量,随同试料制备实物标准样品系列溶液。

8.5 测定

8.5.1 根据试液(8.3)中待测元素的种类及含量范围,选择与待测元素含量相近的系列工作曲线溶液(8.4.1或8.4.2),保证每种元素包括零点在内不少于4个的校准点进行工作曲线拟合。于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上,按表2推荐的波长处测定系列校准溶液(8.4.1或8.4.2)中各元素的发射强度,以质量浓度为横坐标,发射强度为纵坐标,绘制工作曲线,确保各元素工作曲线线性相关系数 r 不小于0.999。

8.5.2 在8.5.1绘制好的工作曲线下,进行随同试料空白溶液(8.2)和分析试液(8.3)的测定,检查各待测元素谱线的背景并在适当的位置进行背景校正,软件自动计算得到各待测元素的质量浓度。

9 试验数据处理

待测元素含量以质量分数 w_x 表示,按公式(1)计算:

$$w_x = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ_1 —自工作曲线上查得的分析试液中各元素的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_0 —自工作曲线上查得的空白溶液中各元素的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V —测定试液的体积,单位为毫升(mL);

m —样品质量的数值,单位为克(g);

x —待测元素。

当测定结果小于0.10%时,B和Y结果保留至小数点后四位,其他元素结果保留至小数点后三位;当测定结果不小于0.10%时,保留至小数点后两位。数值修约按照GB/T 8170的规定进行。

10 精密度

10.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)情况不超过5%。重复性限(r)按表7数据采用线性内插法或外延法求得。

表7 重复性限 (r)

元素	w %	r %	元素	w %	r %	
Al	0.010	0.002	Mg	0.0020	0.0002	
	0.15	0.02		0.15	0.02	
	1.20	0.03	Mn	0.0020	0.0002	
	1.80	0.06		0.15	0.02	
	6.23	0.16		1.01	0.05	
	10.21	0.20		1.74	0.07	
	14.27	0.28		2.74	0.08	
B	0.0021	0.0003	Mo	0.010	0.002	
	0.0050	0.0004		0.15	0.02	
	0.15	0.02		0.35	0.03	
Bi	0.020	0.003		1.08	0.04	
	0.15	0.01		4.88	0.13	
Co	0.010	0.002		15.27	0.35	
	0.15	0.02		31.93	0.44	
Cr	0.010	0.001		Nb	0.010	0.001
	0.15	0.02			0.15	0.02
	1.01	0.06	0.39		0.02	
	2.84	0.07	2.83		0.10	
	8.04	0.18	7.03		0.20	
	18.04	0.20	13.15		0.26	
Cu	0.010	0.001	45.83		0.56	
	0.15	0.02	Nd		0.010	0.002
	0.78	0.03			0.15	0.01
	2.53	0.09		0.74	0.03	
	4.51	0.09		2.23	0.04	
Er	0.010	0.001		Ni	0.0020	0.0002
	0.15	0.01	0.0040		0.0006	
Fe	0.012	0.002	0.15		0.02	
	0.069	0.007	0.50		0.05	
	0.21	0.03	0.83		0.06	
	1.01	0.05	1.85		0.06	
	1.86	0.10	Pb	0.020	0.003	
	4.35	0.15		0.15	0.02	
Hf	0.010	0.001	Pd	0.011	0.002	
	0.15	0.02		0.057	0.005	
	1.02	0.03		0.13	0.02	
	1.83	0.05		0.43	0.02	

表7 重复性限 (r) (续)

元素	w %	r %	元素	w %	r %
Ru	0.010	0.001	V	4.97	0.09
	0.40	0.04		10.41	0.25
Si	0.020	0.002		21.39	0.40
	0.094	0.005		28.77	0.53
	0.18	0.02	W	0.010	0.001
	0.29	0.02		0.15	0.02
0.48	0.03	0.77		0.04	
Sn	0.020	0.002		1.04	0.04
	0.15	0.02		1.52	0.05
	2.03	0.04		2.29	0.06
	3.50	0.10	Y	0.0010	0.0002
11.54	0.42	0.15		0.01	
Ta	0.010	0.002	Zn	0.0020	0.0002
	0.15	0.02		0.15	0.02
	0.41	0.04	Zr	0.010	0.002
	1.91	0.04		0.15	0.02
	2.41	0.05		0.72	0.03
V	0.010	0.001		4.06	0.10
	0.15	0.02		13.13	0.26
	1.02	0.05	/	/	
			/	/	/

10.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限 (R),超过再现性限 (R)的情况不超过5%,再现性限 (R)按表8数据采用线性内插法或外延法求得。

表8 再现性限 (R)

元素	w %	R %	元素	w %	R %
Al	0.010	0.002	Bi	0.020	0.003
	0.15	0.02		0.15	0.02
	1.20	0.04	Co	0.010	0.002
	1.80	0.08		0.15	0.02
	6.23	0.24	Cr	0.010	0.001
	10.21	0.30		0.15	0.02
	14.27	0.36		1.01	0.07
B	0.0021	0.0004		2.84	0.09
	0.0050	0.0005		8.04	0.25
	0.15	0.02	18.04	0.37	

表 8 再现性限 (R) (续)

元素	w %	R %	元素	w %	R %
Cu	0.010	0.001	Nb	45.83	0.86
	0.15	0.02	Nd	0.010	0.002
	0.78	0.04		0.15	0.02
	2.53	0.12		0.74	0.04
	4.51	0.14		2.23	0.04
Er	0.010	0.002	Ni	0.0020	0.0004
	0.15	0.02		0.0040	0.0009
Fe	0.012	0.003		0.15	0.02
	0.069	0.011		0.50	0.09
	0.21	0.05		0.83	0.11
	1.01	0.08		1.85	0.14
	1.86	0.16	Pb	0.020	0.003
	4.35	0.18		0.15	0.02
Hf	0.010	0.002	Pd	0.011	0.004
	0.15	0.02		0.057	0.009
	1.02	0.04		0.13	0.03
	1.83	0.06		0.43	0.04
Mg	0.0020	0.0003	Ru	0.010	0.002
	0.15	0.02		0.40	0.06
Mn	0.0020	0.0003	Si	0.020	0.003
	0.15	0.02		0.094	0.015
	1.01	0.09		0.18	0.02
	1.74	0.10		0.29	0.02
	2.74	0.14		0.48	0.03
Mo	0.010	0.002	Sn	0.020	0.002
	0.15	0.02		0.15	0.02
	0.35	0.05		2.03	0.10
	1.08	0.08		3.50	0.14
	4.88	0.16		11.54	0.47
	15.27	0.49		Ta	0.010
	31.93	0.51	0.15		0.02
	Nb	0.010	0.002	0.41	0.04
0.15		0.02	1.91	0.06	
0.39		0.06	2.41	0.08	
2.83		0.17	V	0.010	0.002
7.03		0.28		0.15	0.02
13.15		0.32		1.02	0.05

表 8 再现性限 (R) (续)

元素	w %	R %	元素	w %	R %
V	4.97	0.12	Y	0.0010	0.0002
	10.41	0.37		0.15	0.02
	21.39	0.45	Zn	0.0020	0.0003
	28.77	0.66		0.15	0.02
W	0.010	0.002	Zr	0.010	0.002
	0.15	0.02		0.15	0.02
	0.77	0.05		0.72	0.04
	1.04	0.05		4.06	0.14
	1.52	0.06		13.13	0.37
	2.29	0.09	/	/	/

11 试验报告

试验报告应至少包括下列内容：

- a) 样品；
- b) 本文件编号；
- c) 分析结果及其表示；
- d) 与基本分析步骤的差异；
- e) 测定中观察到的异常现象；
- f) 试验日期。

附录 A
(资料性)

精密度试验原始数据

精密度试验原始数据是 2023 年至 2026 年由 9 家实验室分别对钛及钛合金中铝、钼、铌、钒 7 个不同水平，铬、铁、镍、钨 6 个不同水平，铜、锰、硅、锡、钽、锆 5 个不同水平，钨、钽、钼 4 个不同水平，硼 3 个不同水平，铋、钴、铅、铟、镁、钕、锌、钇 2 个不同水平样品进行共同试验确定。每个实验室分别对每个水平的铝、硼、铋、钴、铬、铜、铟、铁、钨、镁、锰、钼、铌、钽、镍、铅、钽、钕、钇、硅、锡、钽、钒、钨、钇、锌、锆的含量在重复性条件下独立测定 11 次。数据统计结果见表 A.1。

表 A.1 数据统计结果

元素	水平数	可接受的试验室个数	可接受的数据个数	总平均值 (\bar{x}) %	重复性标准差 (S_r) %	再现性标准差 (S_R) %	重复性限 (r) %	再现性限 (R) /%
Al	1	9	99	0.010	0.0004	0.0005	0.002	0.002
	2	9	99	0.15	0.004	0.005	0.02	0.02
	3	9	99	1.20	0.009	0.012	0.03	0.04
	4	9	99	1.80	0.019	0.026	0.06	0.08
	5	9	99	6.23	0.054	0.082	0.16	0.24
	6	9	99	10.21	0.069	0.105	0.20	0.30
	7	9	99	14.27	0.096	0.127	0.28	0.36
B	1	9	99	0.0021	0.00009	0.00011	0.0003	0.0004
	2	9	99	0.0050	0.00013	0.00016	0.0004	0.0005
	3	9	99	0.15	0.005	0.007	0.02	0.02
Bi	1	9	99	0.020	0.0010	0.0010	0.003	0.003
	2	9	99	0.15	0.003	0.004	0.01	0.02
Co	1	9	99	0.010	0.0004	0.0005	0.002	0.002
	2	9	99	0.15	0.004	0.004	0.02	0.02
Cr	1	9	99	0.010	0.0003	0.0003	0.001	0.001
	2	9	99	0.15	0.004	0.005	0.02	0.02
	3	9	99	1.01	0.019	0.025	0.06	0.07
	4	9	99	2.84	0.024	0.029	0.07	0.09
	5	9	99	8.04	0.063	0.086	0.18	0.25
	6	9	99	18.04	0.070	0.129	0.20	0.37
Cu	1	9	99	0.010	0.0003	0.0003	0.001	0.001
	2	9	99	0.15	0.004	0.005	0.02	0.02
	3	9	99	0.78	0.008	0.011	0.03	0.04
	4	9	99	2.53	0.029	0.041	0.09	0.12
	5	9	99	4.51	0.031	0.049	0.09	0.14
Er	1	9	99	0.010	0.0003	0.0004	0.001	0.002
	2	9	99	0.15	0.002	0.004	0.01	0.02
Fe	1	9	99	0.012	0.0005	0.0008	0.002	0.003
	2	9	99	0.069	0.0024	0.0038	0.007	0.011
	3	9	99	0.21	0.007	0.015	0.03	0.05

表 A.1 数据统计结果 (续)

元素	水平数	可接受的实验个数	可接受的 数据个数	总平均值 (\bar{w}_x) %	重复性标准差 (S_r) %	再现性标准差 (S_R) %	重复性限 (r) %	再现性限 (R) /%
Fe	4	9	99	1.01	0.016	0.025	0.05	0.08
	5	9	99	1.86	0.035	0.055	0.10	0.16
	6	9	99	4.35	0.051	0.061	0.15	0.18
Hf	1	9	99	0.010	0.0003	0.0004	0.001	0.002
	2	9	99	0.15	0.004	0.004	0.02	0.02
	3	9	99	1.02	0.007	0.014	0.03	0.04
	4	9	99	1.83	0.015	0.020	0.05	0.06
Mg	1	9	99	0.0020	0.00007	0.00010	0.0002	0.0003
	2	9	99	0.15	0.004	0.004	0.02	0.02
Mn	1	9	99	0.0020	0.00007	0.00011	0.0002	0.0003
	2	9	99	0.15	0.004	0.006	0.02	0.02
	3	9	99	1.01	0.017	0.032	0.05	0.09
	4	9	99	1.74	0.024	0.033	0.07	0.10
	5	9	99	2.74	0.028	0.049	0.08	0.14
Mo	1	9	99	0.010	0.0004	0.0005	0.002	0.002
	2	9	99	0.15	0.005	0.006	0.02	0.02
	3	9	99	0.35	0.010	0.016	0.03	0.05
	4	9	99	1.08	0.013	0.025	0.04	0.08
	5	9	99	4.88	0.043	0.055	0.13	0.16
	6	9	99	15.27	0.122	0.170	0.35	0.49
	7	9	99	31.93	0.152	0.180	0.44	0.51
Nb	1	9	99	0.010	0.0003	0.0005	0.001	0.002
	2	9	99	0.15	0.004	0.005	0.02	0.02
	3	9	99	0.39	0.007	0.018	0.02	0.06
	4	9	99	2.83	0.033	0.059	0.10	0.17
	5	9	99	7.03	0.067	0.097	0.20	0.28
	6	9	99	13.15	0.090	0.110	0.26	0.32
	7	9	99	45.83	0.196	0.302	0.56	0.86
Nd	1	9	99	0.010	0.0004	0.0004	0.002	0.002
	2	9	99	0.15	0.003	0.005	0.01	0.02
	3	9	99	0.74	0.007	0.011	0.03	0.04
	4	9	99	2.23	0.011	0.014	0.04	0.04
Ni	1	9	99	0.0020	0.00007	0.00014	0.0002	0.0004
	2	9	99	0.0040	0.00021	0.00032	0.0006	0.0009
	3	9	99	0.15	0.005	0.007	0.02	0.02
	4	9	99	0.50	0.016	0.029	0.05	0.09
	5	9	99	0.83	0.020	0.036	0.06	0.11
	6	9	99	1.85	0.021	0.047	0.06	0.14

表 A.1 数据统计结果 (续)

元素	水平数	可接受的实验个数	可接受的 数据个数	总平均值 (\bar{w}_x) %	重复性标准差 (S_x) %	再现性标准差 (S_R) %	重复性限 (r) %	再现性限 (R) /%
Pb	1	9	99	0.020	0.0001	0.0011	0.003	0.003
	2	9	99	0.15	0.005	0.006	0.02	0.02
Pd	1	9	99	0.011	0.0004	0.0011	0.002	0.004
	2	9	99	0.057	0.0016	0.0031	0.005	0.009
	3	9	99	0.13	0.004	0.009	0.02	0.03
	4	9	99	0.43	0.005	0.013	0.02	0.04
Ru	1	9	99	0.010	0.0003	0.0005	0.001	0.002
	2	9	99	0.40	0.012	0.020	0.04	0.06
Si	1	9	99	0.020	0.0006	0.0007	0.002	0.003
	2	9	99	0.094	0.0015	0.0053	0.005	0.015
	3	9	99	0.18	0.005	0.006	0.02	0.02
	4	8	88	0.29	0.007	0.007	0.02	0.02
	5	9	99	0.48	0.008	0.008	0.03	0.03
Sn	1	9	99	0.020	0.0006	0.0006	0.002	0.002
	2	9	99	0.15	0.005	0.006	0.02	0.02
	3	9	99	2.03	0.012	0.034	0.04	0.10
	4	9	99	3.50	0.033	0.046	0.10	0.14
	5	9	99	11.54	0.145	0.163	0.42	0.47
Ta	1	9	99	0.010	0.0004	0.0005	0.002	0.002
	2	9	99	0.15	0.006	0.007	0.02	0.02
	3	9	99	0.41	0.011	0.013	0.04	0.04
	4	9	99	1.91	0.014	0.020	0.04	0.06
	5	9	99	2.41	0.015	0.028	0.05	0.08
V	1	9	99	0.010	0.0003	0.0004	0.001	0.002
	2	9	99	0.15	0.004	0.006	0.02	0.02
	3	9	99	1.02	0.015	0.017	0.05	0.05
	4	9	99	4.97	0.030	0.042	0.09	0.12
	5	9	99	10.41	0.088	0.131	0.25	0.37
	6	9	99	21.39	0.138	0.159	0.40	0.45
	7	9	99	28.77	0.186	0.233	0.53	0.66
W	1	9	99	0.010	0.0003	0.0004	0.001	0.002
	2	9	99	0.15	0.004	0.004	0.02	0.02
	3	9	99	0.77	0.012	0.016	0.04	0.05
	4	9	99	1.04	0.014	0.016	0.04	0.05
	5	9	99	1.52	0.017	0.021	0.05	0.06
	6	9	99	2.29	0.022	0.029	0.06	0.09
Y	1	9	99	0.0010	0.00007	0.00007	0.0002	0.0002
	2	9	99	0.15	0.003	0.004	0.01	0.02

表 A.1 数据统计结果 (续)

元素	水平数	可接受的实验室个数	可接受的数指个数	总平均值 (\bar{w}_x) %	重复性标准差 (S_r) %	再现性标准差 (S_R) %	重复性限 (r) %	再现性限 (R) /%
Zn	1	9	99	0.0020	0.00007	0.00011	0.0002	0.0003
	2	9	99	0.15	0.004	0.004	0.02	0.02
Zr	1	9	99	0.010	0.0005	0.0006	0.002	0.002
	2	9	99	0.15	0.005	0.005	0.02	0.02
	3	9	99	0.72	0.010	0.011	0.03	0.04
	4	9	99	4.06	0.034	0.048	0.10	0.14
	5	9	99	13.13	0.090	0.128	0.26	0.37
