



中华人民共和国国家标准

GB/T 4325.2—202×

代替 GB/T 4325.2-2013、GB/T 4325.13-2013、GB/T 4325.14-2013、
GB/T 4325.15-2013、GB/T 4325.16-2013、GB/T 4325.20-2013

钼化学分析方法 第2部分：镉、钴、镍、铜、钙、镁、 锰、钠、钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of molybdenum—
Part 2: Determination of potassium, sodium, copper, nickel, manganese
and cadmium contents—Flame atomic absorption spectrometry

(送审稿)

××××-××-××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 4325《钼化学分析方法》的第2部分。GB/T 4325已经发布了以下部分：

- 第1部分：铅、铋、锡、锑、砷含量的测定 原子荧光光谱法；
- 第2部分：镉、钴、镍、铜、钙、镁、锰、钠和钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第7部分：铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法和电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第8部分：钴量的测定 钴试剂分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第9部分：镍量的测定 丁二酮肟分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第10部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第11部分：铝量的测定 铬天青S分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第12部分：杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第17部分：钛量的测定 二安替比林甲烷分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第18部分：钒量的测定 钼试剂分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第19部分：铬量的测定 二苯基碳酰二肼分光光度法；
- 第21部分：碳量和硫量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第22部分：磷量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第23部分：氧量和氮量的测定 惰气熔融红外吸收法-热导法；
- 第25部分：氢量的测定 惰气熔融红外吸收法/热导法；
- 第26部分：痕量元素含量的测定 电感耦合等离子体质谱法。

本文件代替GB/T 4325.2-2013《钼化学分析方法 镉量的测定 火焰原子吸收光谱法》、GB/T 4325.13-2013《钼化学分析方法 钙量的测定 火焰原子吸收光谱法》、GB/T 4325.14-2013《钼化学分析方法 镁量的测定 火焰原子吸收光谱法》、GB/T 4325.15-2013《钼化学分析方法 钠量的测定 火焰原子吸收光谱法》、GB/T 4325.16-2013《钼化学分析方法 钾量的测定 火焰原子吸收光谱法》、GB/T 4325.20-2013《钼化学分析方法 锰量的测定 火焰原子吸收光谱法》，与GB/T 4325.2-2013、GB/T 4325.13-2013、GB/T 4325.14-2013、GB/T 4325.15-2013、GB/T 4325.16-2013、GB/T 4325.20-2013相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

a) 增加了GB/T 4325.8-2013《钼化学分析方法 钴量的测定 火焰原子吸收光谱法》、GB/T 4325.9-2013《钼化学分析方法 镍量的测定 火焰原子吸收光谱法》、GB/T 4325.10-2013《钼化学分析方法 铜量的测定 火焰原子吸收光谱法》；

b) 更改了测定范围，镉由0.0002 %～0.100 %变为0.0002 %～0.010 %；钴由0.0010 %～0.010 %变为0.0002 %～0.010 %；镍由0.0001 %～0.010 %变为0.0002 %～0.010 %；钙由0.0005 %～0.030 %变为0.0002 %～0.020 %；镁由0.0002 %～0.010 %变为0.0002 %～0.0125 %；锰由0.0002 %～0.100 %变为0.0002 %～0.010 %；钠由0.0003 %～0.080 %变为0.0002 %～0.016 %；钾由0.0010 %～0.150 %变为0.0005 %～0.10 %；（分别见第1章，2013年版的1）；

c) 氯化铯溶液由25 g/L改为10 g/L（见5.3，2013年版的3.2）；

d) 统一镉、镍、铜、锰元素测定样品溶解方法（见8.1.4，2013版的6.4.1，2013版GB/T4325.9的5.5.4.1）；

e) 统一钴、钙、镁元素测定样品溶解方法（见8.2.4，2013版的6.3.1，2013版GB/T4325.8的5.5.4.1）；

f) 统一钠、钾元素测定样品溶解方法（见8.3.4，2013版的6.4.1）；

g) 统一称样量，调整表1称取试样量（见8.1.1，8.2.1，8.3.1，2013版的6.1）；

h) 更改工作曲线绘制浓度（见8.1.5，8.2.5，8.3.5，2013版的6.5.1）；

i) 工作曲线绘制统一以“零”标准溶液调零（见8.1.6.1，8.2.6.1，8.3.6.1，2013版的6.5.2，2013版GB/T4325.8的5.5.5），样品测定统一以“零”标准溶液调零（见8.1.6.2，8.2.6.2，8.3.6.2，2013版的6.4.2，2013版GB/T4325.8的5.5.4.3）；

j) 镉、铜、锰、钴、钠元素测定不使用基体匹配（见8.1.5，8.2.5.1，8.3.5.1，2013版的6.5.1）；

k) 更改钙、镁元素测定方法，采用标准曲线法，删除外推法（见8.2.4，8.2.5，2013版的6.3.3，6.3.4）；

l) 删除精密度的允许差，增加再现性限（见10.2，2013年版的8.2）；

m) 增加附录A精密度（见附录A）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本文件起草单位：金堆城铝业股份有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、洛阳栾川钼业集团股份有限公司、成都虹波实业股份有限公司、山东中金岭南铜业有限责任公司、宁夏东方钽业股份有限公司、中国检验认证集团广西有限公司、昆明冶金研究院有限公司等。

本文件主要起草人：陈秋芳、王郭亮、高敏兰、刘延波、徐思婷、段亚南、黄葡英、周春仙、赵昱、任柴、蒋建鹏、殷佳、张一炎、余晓、赵晓洁、郭玉。

本文件及所代替文件的历次版本发布情况为：

——1984年首次发布GB/T 4325.1-1984，GB/T 4325.7-1984，GB/T 4325.9-1984，GB/T 4325.10-1984，GB/T 4325.13-1984，GB/T 4325.14-1984，GB/T 4325.15-1984，GB/T 4325.16-1984，GB/T 4325.22-1984，GB/T 4325.17-1984，GB/T 4325.18-1984。

——2013年第一次修订发布GB/T 4325.2-2013、GB/T 4325.13-2013、GB/T 4325.14-2013、GB/T 4325.15-2013、GB/T 4325.16-2013、GB/T 4325.20-2013。

——本次为第二次修订。

引 言

钼是一种高熔点难熔稀有金属，具有高强度、高熔点、耐腐蚀、耐磨研等优点，被广泛应用于钢铁、石油、化工、电气和电子技术、航空航天、医药和农业等领域。为落实“国家标准化发展纲要”，深化标准化改革创新，优化存量标准结构，实现标准体系动态维护，统筹标准的制定与实施，发展和完善钼化学分析方法，扩大方法的适用范围，在广泛开展企业需求调研的基础上，对 GB/T 4325《钼化学分析方法》（共 26 部分）进行整合修订。

GB/T 4325《钼化学分析方法》整合后为 16 个部分，本文件为第 2 部分。

- 第 1 部分：铅、铋、锡、锑、砷含量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 2 部分：镉、钴、镍、铜、钙、镁、锰、钠和钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法；
- 第 8 部分：钴量的测定 钴试剂分光光度法；
- 第 9 部分：镍量的测定 丁二酮肟分光光度法；
- 第 10 部分：杂质元素含量的测定 直流电弧原子发射光谱法；
- 第 11 部分：铝量的测定 铬天青 S 分光光度法；
- 第 12 部分：杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 17 部分：钛量的测定 二安替比林甲烷分光光度法；
- 第 18 部分：钒量的测定 钼试剂分光光度法；
- 第 19 部分：铬量的测定 二苯基碳酰二肼分光光度法；
- 第 21 部分：碳量和硫量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第 22 部分：磷量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 23 部分：氧量和氮量的测定 惰气熔融红外吸收法-热导法；
- 第 25 部分：氢量的测定 惰气熔融红外吸收法/热导法；
- 第 26 部分：痕量元素含量的测定 电感耦合等离子体质谱法。

本文件《钼化学分析方法 第2部分：镉、钴、镍、铜、钙、镁、锰、钠和钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法》是将原GB/T 4325. 2-2013《钼化学分析方法 镉量的测定 火焰原子吸收光谱法》、GB/T 4325. 13-2013《钼化学分析方法 钙量的测定 火焰原子吸收光谱法》、GB/T 4325. 14-2013《钼化学分析方法 镁量的测定 火焰原子吸收光谱法》、GB/T 4325. 15-2013《钼化学分析方法 钠量的测定 火焰原子吸收光谱法》、GB/T 4325. 16-2013《钼化学分析方法 钾量的测定 火焰原子吸收光谱法》、GB/T 4325. 20-2013《钼化学分析方法 锰量的测定 火焰原子吸收光谱法》的整合修订。在主要技术内容保持一致的前提下，通过优化标准结构，方法具有快速、准确等特点，适用性强。本文件完善了钼产品全产业链检测体系，对提高钼产品质量、扩大应用领域、开拓产品市场具有重要意义。

钼化学分析方法

第2部分：钨、钴、镍、铜、钙、镁、锰、钠、钾含量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

本部分规定了钼酸铵、三氧化钼、钼粉及钼加工产品中钨、钴、镍、铜、钙、镁、锰、钠、钾含量的测定方法。

本部分适用于钼酸铵、三氧化钼、钼粉及钼加工产品中钨、钴、镍、铜、钙、镁、锰、钠、钾含量的测定。测定范围：钨、镍、铜、锰、钴 0.0002 %~0.010 %，钙 0.0002 %~0.020 %，镁 0.0002 %~0.0125 %，钠 0.0002 %~0.016 %，钾 0.0005 %~0.10 %。

2 规范性引用文件

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

GB/T 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

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

4.1 钨、镍、铜、锰含量测定：试料用过氧化氢溶解。在硝酸介质中，使用空气-乙炔火焰原子吸收光谱仪，于钨、镍、铜、锰各元素选定的波长处测量其吸光度，根据标准工作曲线计算钨、镍、铜、锰的质量浓度，以质量分数表示测定结果。

4.2 钴、钙、镁含量测定：试料用过氧化氢溶解。在柠檬酸和盐酸介质中，使用空气-乙炔火焰原子吸收光谱仪，在钴、钙、镁各元素选定的波长处测量其吸光度（钙、镁需在基体匹配条件下），根据标准工作曲线计算钴、钙、镁的质量浓度，以质量分数表示测定结果。

4.3 钠、钾含量测定：试料用过氧化氢溶解，用氯化铯作消电离剂，使用空气乙炔火焰原子吸收光谱仪，于钠、钾各元素选定的波长处测量其吸光度（钾需在基体匹配条件下），根据标准工作曲线计算钠、钾的质量浓度，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及以上的试剂。

5.1 水，GB/T 6682，一级及以上。

5.2 过氧化氢（ $\rho=1.10\text{ g/mL}$ ）。

5.3 氯化铯溶液（10 g/L）：称取 1g 氯化铯（ $\omega_{\text{CsCl}}\geq 99.99\%$ ），置于 100 mL 烧杯中，加入适量的

水溶解完全，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。贮存于塑料瓶中。

5.4 硝酸 ($\rho=1.42$ g/mL)，优级纯。

5.5 硫酸 (1+19)，优级纯。

5.6 盐酸 ($\rho=1.18$ g/mL)，优级纯。

5.7 柠檬酸溶液 (500 g/L)，优级纯。

5.8 钼基体:应与试料性质基本相同， $\omega_{\text{Fe}} < 0.0003\%$ ， $\omega_{\text{Ca}} < 0.0001\%$ ， $\omega_{\text{Mg}} < 0.0001\%$ 。

5.9 镉标准贮存溶液:称取 0.1000g 金属镉 ($\omega_{\text{Cd}} \geq 99.99\%$) 于 250 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸(1+1) (5.4) 加热溶解，冷却，移入 1000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，此溶液 1 mL 含 100 μg 镉。或者购买相应浓度的有证标准物质。

5.10 镉标准溶液:移取 10.00 mL 镉标准贮存溶液 (5.9)，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 镉。

5.11 钴标准贮存溶液:称取 0.1000g 金属钴 ($\omega_{\text{Co}} \geq 99.99\%$) 于 250 mL 烧杯中，盖上表皿，加入 20 mL 硝酸(5.4)，加热溶解，冷却，移入 1000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，此溶液 1 mL 含 100 μg 钴。或者购买相应浓度的有证标准物质。

5.12 钴标准溶液:移取 10.00 mL 钴标准贮存溶液 (5.11)，置于 100 mL 容量瓶中，加入 10 mL 硝酸 (5.4)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 钴。

5.13 镍标准贮存溶液:称取 0.1000g 金属镍 ($\omega_{\text{Ni}} \geq 99.99\%$) 于 250 mL 烧杯中，盖上表皿，加入 30 mL 硝酸(5.4)，加热溶解，冷却，移入 1000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，此溶液 1 mL 含 100 μg 镍。或者购买相应浓度的有证标准物质。

5.14 镍标准溶液:移取 10.00 mL 镍标准贮存溶液 (5.13)，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 镍。

5.15 铜标准贮存溶液:称取 0.1000g 金属铜 ($\omega_{\text{Cu}} \geq 99.99\%$) 于 250 mL 烧杯中，盖上表皿，加入 30 mL 硝酸(5.4)，加热溶解，冷却，移入 1000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，此溶液 1 mL 含 100 μg 铜。或者购买相应浓度的有证标准物质。

5.16 铜标准溶液:移取 10.00 mL 铜标准贮存溶液 (5.15)，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 铜。

5.17 钙标准贮存溶液:称取 2.4970 克碳酸钙(质量分数 $\geq 99.99\%$) (预先在 105℃烘 1h，并在干燥器中冷至室温)于 250 mL 烧杯中，加入 30 mL 水、15mL 盐酸(5.6)，置电炉上加热至完全溶解，煮沸驱除二氧化碳，冷却后移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1mL 含 1.0 mg 钙。或者购买相应浓度的有证标准物质。

5.18 钙标准溶液:移取 5.0mL 钙标准贮存溶液(5.17)，置于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 钙。

5.19 镁标准贮存溶液:称取 0.1000g 金属镁 ($\omega_{\text{Mg}} \geq 99.99\%$) 于 250 mL 烧杯中，加入 30 mL 水、10mL 盐酸(5.6)，加热至完全溶解，冷却至室温后移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此标准溶液每毫升含 100 μg 镁。或者购买相应浓度的有证标准物质。

5.20 镁标准溶液:移取 10.0 mL 镁标准贮存溶液(5.19), 置于 100 mL 容量瓶中, 加入 2 mL 盐酸 (5.6), 用水稀释至刻度, 混匀。此标准溶液每毫升含 10 μg 镁。

5.21 锰标准贮存溶液:称取 0.1000g 金属锰 ($\omega_{\text{Mn}} \geq 99.99\%$) 于 250 mL 烧杯中，加入 100 mL 硫酸(5.5)，低温加热溶解完全，取下冷却至室温，移入 1000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，此溶液 1 mL 含 100 μg 锰。或者购买相应浓度的有证标准物质。

5.22 锰标准溶液:移取 10.00 mL 锰标准贮存溶液 (5.21)，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 锰。

5.23 钠标准贮存溶液:称取 0.1271 g 预先在 550 °C 灼烧 1h 并在干燥器中冷却至室温的氯化钠 (ω

$\omega_{\text{NaCl}} \geq 99.99\%$), 置于 200 mL 烧杯中, 加入适量的水使之溶解完全, 移入 500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。贮存于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 $100\ \mu\text{g}$ 钠。或者购买相应浓度的有证标准物质。

5.24 钠标准溶液: 移取 10.00 mL 钠标准贮存溶液 (5.23), 置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。贮存于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 $10\ \mu\text{g}$ 钠。

5.25 钾标准贮存溶液: 称取 0.0953g 预先在 550°C 灼烧 1h 并在干燥器中冷却至室温的氯化钾 ($\omega_{\text{KCl}} \geq 99.99\%$), 置于 200 mL 烧杯中, 加入适量的水使之溶解完全, 移入 500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。贮存于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 $100\ \mu\text{g}$ 钾。或者购买相应浓度的有证标准物质。

5.26 钾标准溶液: 移取 10.00 mL 钾标准贮存溶液 (5.25), 置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。贮存于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 $10\ \mu\text{g}$ 钾。

6 仪器设备

原子吸收光谱仪, 附镉、钴、镍、铜、钙、镁、锰、钠、钾空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下, 凡能达到下列指标者均可使用。

——精密度的最低要求: 测量最高标准溶液吸光度 10 次, 其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.5%。

测量最低标准溶液 (不是“零”标准溶液) 吸光度 10 次, 其标准偏差应不超过最高标准溶液平均吸光度的 0.5%。

——特征浓度: 在与测定溶液的基体相一致的溶液中, 镉的特征浓度应不大于 $0.05\ \mu\text{g/mL}$ 。镍的特征浓度应不大于 $0.16\ \mu\text{g/mL}$ 。铜的特征浓度应不大于 $0.35\ \mu\text{g/mL}$ 。锰的特征浓度应不大于 $0.09\ \mu\text{g/mL}$ 。钴的特征浓度应不大于 $0.05\ \mu\text{g/mL}$ 。钙的特征浓度应不大于 $0.05\ \mu\text{g/mL}$ 。镁的特征浓度应不大于 $0.01\ \mu\text{g/mL}$ 。钠的特征浓度应不大于 $0.03\ \mu\text{g/mL}$ 。钾的特征浓度应不大于 $0.06\ \mu\text{g/mL}$ 。

——标准曲线的线性: 将工作曲线按浓度等分成五段, 最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比, 应不小于 0.7。

7 样品

钼加工产品应粉碎并通过 0.75mm 标准筛网。

8 试验步骤

8.1 镉、镍、铜、锰含量测定

8.1.1 试料

按照表 1 称取试样, 精确至 0.0001 g。

表 1 镉、镍、铜、锰测定试料称取质量

镉、镍、铜、锰的质量分数 %	试料质量 g
0.0001~0.0050	1.00
>0.0050~0.010	0.50

8.1.2 平行试验

平行做两份试验, 取其平均值。

8.1.3 空白试验

随同试料做空白试验。

8.1.4 试料溶液的制备

将试料(8.1.1)置于200 mL烧杯中,用水润湿,加入2 mL~5 mL过氧化氢(5.2),待激烈反应停止后,低温加热至试料完全溶解,用水冲洗杯壁,加入约50 mL水,加入2 mL硝酸(5.4),煮沸2 min,取下冷却,移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

注:如果在溶样过程中,加入5 mL过氧化氢(5.2)溶解不完全,可补加过氧化氢(5.2)直至溶解完全。

8.1.5 工作曲线溶液的制备

分别移取0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 镉标准溶液(5.10)、镍标准溶液(5.14)、铜标准溶液(5.16)、锰标准溶液(5.22)置于四组100 mL容量瓶中,加入2 mL硝酸(5.4),用水稀释至刻度,混匀。

8.1.6 测定

8.1.6.1 将工作曲线溶液(8.1.5)于原子吸收光谱仪波长镉228.8 nm、镍232.0 nm、铜324.7 nm、锰279.5 nm处,用空气-乙炔火焰,以“零”标准溶液调零,测量待测元素的吸光度,以待测元素质量浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线,工作曲线的线性相关系数应不小于0.999。

8.1.6.2 将试料溶液(8.1.4)与工作曲线溶液测定相同的条件,以“零”标准溶液调零,测量空白溶液和样品的吸光度,自工作曲线分别计算出相应的镉、镍、铜、锰的质量浓度。

8.2 钴、钙、镁含量测定

8.2.1 试料

按照表2称取试样,精确至0.0001 g。

表2 钴、钙、镁测定试料称取质量

钴的质量分数 %	试料质量 g	钙的质量分数 %	试料质量 g	镁的质量分数 %	试料质量 g
0.0001~0.0050	1.00	0.0001~0.010	1.00	0.0001~0.0025	1.00
>0.0050~0.010	0.50	>0.010~0.020	0.50	>0.0025~0.0125	0.20

8.2.2 平行试验

平行做两份试验,取其平均值。

8.2.3 空白试验

钴:随同试料做空白试验。

钙镁:称取与试料中铝含量对等的铝基体(5.8),随同试料做空白试验。

8.2.4 试料溶液的制备

将试料(8.2.1)置于200 mL石英烧杯中,用水润湿,加入2 mL~5 mL过氧化氢(5.2),待激烈反应停止后,低温加热至试料完全溶解,加入5 mL柠檬酸溶液(5.7),加入3 mL盐酸(5.6),继续低温加热煮沸1 min~2 min,用少量水吹洗表面皿及杯壁,冷却后,将溶液移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

注:如果在溶样过程中,加入5 mL过氧化氢(5.2)溶解不完全,可补加过氧化氢(5.2)直至溶解完全。

8.2.5 工作曲线溶液的制备

8.2.5.1 分别移取0 mL、0.50 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL 钴标准溶液(5.12)于一系列100 mL容量瓶中,加入5 mL柠檬酸溶液(5.7),3 mL盐酸(5.6),用水稀释至刻度,混匀。

8.2.5.2 按试料量称取与试料中铝含量对等的铝基体(5.8)7份,分别置于200 mL石英烧杯中,按

8.2.4 处理后，将溶液移入 100 mL 容量瓶中，依次加入 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 钙标准溶液（5.18）于各容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

8.2.5.3 按试料量称取与试料中钼含量对等的钼基体（5.8）6 份，分别置于 200 mL 石英烧杯中，按 8.2.4 处理后，将溶液移入 100 mL 容量瓶中，依次加入 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL 镁标准溶液（5.20）于各容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

8.2.6 测定

8.2.6.1 将工作曲线溶液（8.2.5）于原子吸收光谱仪波长钴 240.7 nm、钙 422.7 nm、镁 285.2 nm 处，用空气-乙炔火焰，以“零”标准溶液调零，测量待测元素的吸光度，以待测元素质量浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线，工作曲线的线性相关系数应不小于 0.999。

8.2.6.2 将试料溶液（8.2.4）与工作曲线溶液测定相同的条件，以“零”标准溶液调零，测量空白溶液和样品的吸光度，自工作曲线分别计算出相应的钴、钙、镁质量浓度。

8.3 钠、钾含量测定

8.3.1 试料

按照表 3 称取试样，精确至 0.0001 g。

表 3 钠、钾测定试料称取质量

钠的质量分数 %	试料质量 g	钾的质量分数 %	试料质量 g
0.0001~0.0080	0.5	0.0002~0.020	0.5
>0.0080~0.016	0.25	>0.020~0.10	0.1

8.3.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

8.3.3 空白试验

钠：随同试料做空白试验。

钾：称取与试料中钼含量对等的钼基体（5.8），随同试料做空白试验。

8.3.4 试料溶液的制备

将试料（8.3.1）置于 200 mL 石英烧杯中，用水润湿，加入 2 mL~5 mL 过氧化氢（5.2），待激烈反应停止后，低温加热至试料完全溶解，取下，用水冲洗杯壁，加入约 50 mL 水，加热煮沸约 5min，以驱除过剩的过氧化氢。取下稍冷，加入 3 mL 氯化铯溶液（5.3），移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

注：如果在溶样过程中，加入 5 mL 过氧化氢（5.2）溶解不完全，可补加过氧化氢（5.2）直至溶解完全。

8.3.5 工作曲线溶液的制备

8.3.5.1 分别移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 钠标准溶液（5.24）于一系列 100 mL 容量瓶中，加入 3 mL 氯化铯溶液（5.3），用水稀释至刻度，混匀。贮存于塑料瓶中。

8.3.5.2 按试料量称取与试料中钼含量对等的钼基体（5.8）6 份，分别置于 200 mL 石英烧杯中，按 8.3.4 处理后，移至 100 mL 容量瓶中。依次加入 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 钾标准溶液（5.26）于各容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。贮存于塑料瓶中。

8.3.6 测定

8.3.6.1 将工作曲线溶液（8.3.5）于原子吸收光谱仪波长钠 589.0 nm、钾 766.5 nm 处，用空气-乙炔火焰，以“零”标准溶液调零，测量待测元素的吸光度，以待测元素质量浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线，工作曲线的线性相关系数应不小于 0.999。

8.2.6.2 将试料溶液（8.3.4）与工作曲线溶液测定相同的条件，以“零”标准溶液调零，测量空白溶

液和样品的吸光度，自工作曲线分别计算出相应的钠、钾质量浓度。

9 验数据处理

镉、钴、镍、铜、钙、镁、锰、钠、钾含量以质量分数 ω_x 计，按公式（1）计算：

$$\omega_x = \frac{(\rho_1 - \rho_0)V_0 \cdot V_2 \cdot 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ω_x —试料中待测元素的质量分数；

ρ_1 —试料溶液中待测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

ρ_0 —空白溶液中待测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V_0 —试液总体积，单位为毫升（mL）；

V_2 —测定溶液体积，单位为毫升（mL）；

V_1 —分取试液体积，单位为毫升（mL）；

m_0 —试料质量，单位为克（g）。

计算结果保留两位有效数字，按 GB/T 8170 的规定修约。

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，在表 4 给出的平均值范围内，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 4 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 4 重复性限

Cd	$w_{Cd}/\%$	0.0006	0.0011	0.0028	0.0048	0.0066	0.0087
	$r/\%$	0.0001	0.0002	0.0003	0.0004	0.0005	0.0009
Co	$w_{Co}/\%$	0.0006	0.0011	0.0030	0.0050	0.0068	0.0087
	$r/\%$	0.0001	0.0001	0.0003	0.0003	0.0005	0.0007
Ni	$w_{Ni}/\%$	0.0007	0.0012	0.0029	0.0048	0.0066	0.0088
	$r/\%$	0.0001	0.0002	0.0003	0.0004	0.0005	0.0009
Cu	$w_{Cu}/\%$	0.0008	0.0013	0.0033	0.0052	0.0073	0.0094
	$r/\%$	0.0001	0.0002	0.0003	0.0004	0.0005	0.0010
Ca	$w_{Ca}/\%$	0.0005	0.0014	0.0030	0.0057	0.0090	0.0153
	$r/\%$	0.0001	0.0002	0.0003	0.0003	0.0006	0.0010
Mg	$w_{Mg}/\%$	0.0006	0.0011	0.0032	0.0062	0.0091	0.0115
	$r/\%$	0.0001	0.0002	0.0003	0.0005	0.0007	0.0009
Mn	$w_{Mn}/\%$	0.0006	0.0010	0.0029	0.0050	0.0068	0.0089
	$r/\%$	0.0001	0.0001	0.0002	0.0003	0.0004	0.0004
Na	$w_{Na}/\%$	0.0005	0.0014	0.0024	0.0062	0.0084	0.0131
	$r/\%$	0.0001	0.0002	0.0003	0.0005	0.0008	0.0011
K	$w_K/\%$	0.0017	0.0031	0.0083	0.0268	0.0664	0.0877

	$r/\%$	0.0003	0.0003	0.0005	0.0013	0.0018	0.0037
--	--------	--------	--------	--------	--------	--------	--------

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，在表 5 给出的平均值范围内，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 ）情况不超过 5 %。再现性限（ R ）按表 5 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 5 再现性限

Cd	$w_{Cd}/\%$	0.0006	0.0011	0.0028	0.0048	0.0066	0.0087
	$R/\%$	0.0001	0.0003	0.0005	0.0006	0.0007	0.0011
Co	$w_{Co}/\%$	0.0006	0.0011	0.0030	0.0050	0.0068	0.0087
	$R/\%$	0.0002	0.0002	0.0004	0.0007	0.0008	0.0009
Ni	$w_{Ni}/\%$	0.0007	0.0012	0.0029	0.0048	0.0066	0.0088
	$R/\%$	0.0002	0.0003	0.0005	0.0006	0.0009	0.0011
Cu	$w_{Cu}/\%$	0.0008	0.0013	0.0033	0.0052	0.0073	0.0094
	$R/\%$	0.0001	0.0003	0.0005	0.0007	0.0009	0.0012
Ca	$w_{Ca}/\%$	0.0005	0.0014	0.0030	0.0057	0.0090	0.0153
	$R/\%$	0.0002	0.0003	0.0006	0.0006	0.0007	0.0010
Mg	$w_{Mg}/\%$	0.0006	0.0011	0.0032	0.0062	0.0091	0.0115
	$R/\%$	0.0002	0.0003	0.0005	0.0008	0.0009	0.0011
Mn	$w_{Mn}/\%$	0.0006	0.0010	0.0029	0.0050	0.0068	0.0089
	$R/\%$	0.0001	0.0003	0.0005	0.0006	0.0010	0.0012
Na	$w_{Na}/\%$	0.0005	0.0014	0.0024	0.0062	0.0084	0.0131
	$R/\%$	0.0002	0.0004	0.0005	0.0006	0.0009	0.0013
K	$w_K/\%$	0.0017	0.0031	0.0083	0.0268	0.0664	0.0877
	$R/\%$	0.0005	0.0009	0.0009	0.0020	0.0035	0.0048

11 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- 试验对象；
- 分析结果及其表示；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期。

附 录 A
(资料性)

精密度试验结果统计数据

精密度数据是在 2026 年由 8 家实验室对镉、钴、镍、铜、钙、镁、锰、钠、钾含量的 6 个不同水平样品共同试验确定的。每个实验室对每个水平的镉、钴、镍、铜、钙、镁、锰、钠、钾含量在重复性条件下独立测定 11 次，测量结果统计数据见表 A.1。

表 A.1 精密度统计数据

元素	水平	参加实验室 个数	可接受结果的 实验室个数	可接受的数 据数目	平均值/%	重复性 标准差(Sr) /%	再现性 标准差(SR) /%	重复性限(r) /%	再现性限 (R)/%
Cd	1	8	8	88	0.0006	0.00003	0.00004	0.0001	0.0001
	2	8	8	88	0.0011	0.00005	0.0001	0.0002	0.0003
	3	8	8	88	0.0028	0.0001	0.0002	0.0003	0.0005
	4	8	8	88	0.0048	0.0001	0.0002	0.0004	0.0006
	5	8	8	88	0.0066	0.0002	0.0004	0.0005	0.0007
	6	8	8	88	0.0087	0.0001	0.0003	0.0009	0.0011
Co	1	8	8	88	0.0006	0.00003	0.00006	0.0001	0.0002
	2	8	8	88	0.0011	0.00005	0.00007	0.0001	0.0002
	3	8	8	88	0.0030	0.0001	0.0001	0.0003	0.0004
	4	8	8	88	0.0050	0.0001	0.0002	0.0003	0.0007
	5	8	8	88	0.0068	0.0001	0.0002	0.0005	0.0008
	6	8	8	88	0.0087	0.0001	0.0003	0.0007	0.0009
Ni	1	8	8	88	0.0007	0.00003	0.00007	0.0001	0.0002
	2	8	8	88	0.0012	0.00006	0.0001	0.0002	0.0003
	3	8	8	88	0.0029	0.0001	0.0002	0.0003	0.0005
	4	8	8	88	0.0048	0.0001	0.0002	0.0004	0.0006
	5	8	8	88	0.0066	0.0001	0.0003	0.0005	0.0009
	6	8	8	88	0.0088	0.0001	0.0003	0.0009	0.0011
Cu	1	8	8	88	0.0008	0.00003	0.00004	0.0001	0.0001
	2	8	8	88	0.0013	0.00006	0.0001	0.0002	0.0003
	3	8	8	88	0.0033	0.0001	0.0002	0.0003	0.0005
	4	8	8	88	0.0052	0.0001	0.0003	0.0004	0.0007
	5	8	8	88	0.0073	0.0001	0.0002	0.0005	0.0009
	6	8	8	88	0.0094	0.0001	0.0002	0.0010	0.0012

Ca	1	8	8	88	0.0005	0.00003	0.00006	0.0001	0.0002
	2	8	8	88	0.0014	0.00006	0.0001	0.0002	0.0003
	3	8	8	88	0.0030	0.0001	0.0002	0.0003	0.0006
	4	8	8	88	0.0057	0.0001	0.0002	0.0003	0.0006
	5	8	8	88	0.0090	0.0001	0.0003	0.0006	0.0007
	6	8	8	88	0.0153	0.0001	0.0003	0.0010	0.0010
Mg	1	8	8	88	0.0006	0.00003	0.00007	0.0001	0.0002
	2	8	8	88	0.0011	0.00006	0.0001	0.0002	0.0003
	3	8	8	88	0.0032	0.0001	0.0002	0.0003	0.0005
	4	8	8	88	0.0062	0.0001	0.0002	0.0005	0.0008
	5	8	8	88	0.0091	0.0001	0.0002	0.0007	0.0009
	6	8	8	88	0.0115	0.0001	0.0004	0.0009	0.0011
Mn	1	8	8	88	0.0006	0.00003	0.00004	0.0001	0.0001
	2	8	8	88	0.0010	0.00004	0.0001	0.0001	0.0003
	3	8	8	88	0.0029	0.00007	0.0002	0.0002	0.0005
	4	8	8	88	0.0050	0.0001	0.0002	0.0003	0.0006
	5	8	8	88	0.0068	0.0001	0.0003	0.0004	0.0010
	6	8	8	88	0.0089	0.0001	0.0003	0.0004	0.0012
Na	1	8	8	88	0.0005	0.00004	0.00006	0.0001	0.0002
	2	8	8	88	0.0014	0.00007	0.0001	0.0002	0.0004
	3	8	8	88	0.0024	0.00009	0.0001	0.0003	0.0005
	4	8	8	88	0.0062	0.00009	0.0002	0.0005	0.0006
	5	8	8	88	0.0084	0.0001	0.0003	0.0008	0.0009
	6	8	8	88	0.0131	0.0004	0.0005	0.0011	0.0013
K	1	8	8	88	0.0017	0.00009	0.0002	0.0003	0.0005
	2	8	8	88	0.0021	0.0001	0.0003	0.0003	0.0009
	3	8	8	88	0.0083	0.0002	0.0003	0.0005	0.0009
	4	8	8	88	0.0268	0.0005	0.0007	0.0013	0.0020
	5	8	8	88	0.0664	0.0006	0.0017	0.0018	0.0035
	6	8	8	88	0.0877	0.0013	0.0017	0.0037	0.0048