ICS 77.120.99
CCS H 14

中华人民共和国国家标准

GB/T 15076.16—202X
代替 GB/T 15076.16—2008

钽铌化学分析方法 第16部分：钽中痕量元素含量的测定 电感耦合等离子体质谱法

Methods for chemical analysis of tantalum and niobium—
Part 16: Determination of trace elements content in tantalum—
Inductively coupled plasma mass spectrometry

（预审稿）

202×-××-××发布　　202×-××-××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 15076《钽铌化学分析方法》的第16部分。GB/T 15076 已经发布了以下部分：

——第 1 部分：铌中钽量的测定　电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第 2 部分：钽中铌量的测定　电感耦合等离子体原子发射光谱法和色层分离重量法；

——第 3 部分：铜、钠和钾含量的测定　火焰原子吸收光谱法；

——第 4 部分：铁量的测定　1，10－二氮杂菲分光光度法；

——第 5 部分：铌中痕量元素含量的测定　电感耦合等离子体质谱法；

——第 6 部分：钽中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 7 部分：铌中磷量的测定　4-甲基-戊酮-[2]萃取分离磷钼蓝分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第 8 部分：碳量和硫量的测定；

——第 9 部分：钽中铁、铬、镍、锰、钛、铝、铜、锡、铅和锆量的测定；

——第 10 部分：铌中多元素含量的测定　直流电弧原子发射光谱法；

——第 11 部分：铌中砷、锑、铅、锡和铋量的测定　直流电弧原子发射光谱法；

——第 12 部分：钽中磷量的测定；

——第 14 部分：氧和氮含量的测定　脉冲红外吸收法/热导法；

——第 15 部分：氢含量的测定　脉冲红外吸收法；

——第 16 部分：钽中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 15076.16—2008，与 GB/T 15076.16—2008 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

a） 删除了“火焰原子吸收光谱法”（GB/T 15076.16—2008的方法1）；

b） 更改了方法适用的样品种类，由“钽和铌”改为“钽、五氧化二钽、碳化钽及氟钽酸钾”（见第1章，GB/T 150765.16－2008的第10章）；

c） 更改了方法范围，将钠和钾的测定范围由“0.0001%～0.0020%”改为“0.0001%～0.010%”；并增加了硼、镁、铝、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、镓、锗、砷、锆、铌、钼、银、镉、锡、锑、铪、钨、铅和铋含量的测定（见第1章，GB/T 15076.16—2008的第10章）；

d） 增加了规范性引用文件（见第2章）；

e） 增加了术语和定义（见第3章）；

f） 更改了标准溶液的配制方法（见8.5，GB/T 15076.16—2008的15.5）；

g） 采用了内标元素校正（见8.6，GB/T 15076.16—2008的15.6）；

h） 更改了精密度，将允许差更改为再现性（见第10章，GB/T 150765.16—2008的第17章）。

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：XXXXX、XXXXX、XXXXX。

本文件主要起草人：XXXXX、XXXXX、XXXXX。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——GB/T 15076.16—2008。

引　言

钽具有熔点高、耐腐蚀性强、延展性好等特点，广泛用于制备电解质电容器、化工设备以及核反应堆设备和部件等。钽还是一种生理惰性金属，与人的体液有很好的亲和性，可用作外科手术材料。钽粉、钽丝、钽锭、钽条、五氧化二钽、氟钽酸钾等产品中通常含有铁、镍、铜、镁、铅等痕量杂质元素。GB/T 15076《钽铌化学分析方法》系列标准旨在建立一套完整的钽和铌的化学分析方法，结合标准体系优化工作的要求，整合后拟由 14 部分构成：

——第 1 部分：铌中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 2 部分：钽中铌量的测定　电感耦合等离子体原子发射光谱法和色层分离重量法；

——第 3 部分：铜、钠和钾含量的测定　火焰原子吸收光谱法；

——第 4 部分：铁量的测定　1，10一二氮杂菲分光光度法；

——第 5 部分：铌中痕量元素含量的测定　电感耦合等离子体质谱法；

——第 6 部分：钽中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 7 部分：铌中磷量的测定　4-甲基-戊酮-[2]萃取分离磷钼蓝分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第 8 部分：碳量和硫量的测定；

——第 9 部分：钽中铁、铬、镍、锰、钛、铝、铜、锡、铅和锆量的测定；

——第 10 部分：铌中多元素含量的测定　直流电弧原子发射光谱法；

——第 12 部分：钽中磷量的测定；

——第 14 部分：氧和氮含量的测定　脉冲红外吸收法/热导法；

——第 15 部分：氢含量的测定　脉冲红外吸收法；

——第 16 部分：钽中痕量元素含量的测定　电感耦合等离子体质谱法。

电感耦合等离子体质谱（ICP-MS）具有干扰小、多元素同时测定、检出限低等优点，已广泛应用于金属及合金产品中痕量元素的测定。GB/T 15076.16—2008 的方法 2 采用电感耦合等离子体质谱法测定钠和钾的含量。本次修订充分利用 ICP-MS 多元素测定的技术优势，结合钽粉、钽丝、钽锭、钽条、五氧化二钽、氟钽酸钾中痕量元素的限量要求，增加了元素种类，扩展了方法的适用范围。ICP-MS 测定钽中痕量元素方法的建立，能够大幅缩短检测流程，提高生产效率，有助于钽产品质量的提升，对促进产品的生产与贸易具有重要意义。

钽铌化学分析方法
第16部分：钽中痕量元素含量的测定
电感耦合等离子体质谱法

1 范围

本文件规定了采用电感耦合等离子体质谱法测定钽、五氧化二钽、碳化钽及氟钽酸钾中痕量杂质元素含量的方法。

本文件适用于钽、五氧化二钽、碳化钽中硼、钠、镁、铝、钾、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、镓、锗、砷、锆、铌、钼、银、镉、锡、锑、铪、钨、铅和铋含量的测定。钒、钴、砷、铌、钼、钨的测定范围为0.00002%～0.010%，其余元素测定范围为0.0001%～0.010%。

本文件也适用于氟钽酸钾中硼、钠、镁、铝、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、镓、锗、砷、锆、铌、钼、银、镉、锡、锑、铪、钨、铅和铋含量的测定。钙的测定范围为0.0003%～0.010%，钒、钴、砷的测定范围为0.00002%～0.010%，铌、钼、钨的测定范围为0.00001%～0.010%，其余元素测定范围为0.0001%～0.010%。

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

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试料用氢氟酸-硝酸混酸溶解，在酸性介质中，于电感耦合等离子体质谱仪上直接测定，按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。以内标法校正仪器漂移和基体效应对测定的影响。

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。

5.2 硝酸（ρ=1.42 g/mL）。

5.3 氢氟酸（ρ=1.16 g/mL）。

5.4 盐酸（ρ=1.19 g/mL）。

5.5 过氧化氢（ρ=1.1 g/mL）。

5.6 硝酸（1+1）。

5.7 硼标准贮存溶液：称取0.5720 g硼酸（光谱纯，预先在40 ℃～50 ℃烘干1 h，置于干燥器中冷却）于100 mL烧杯中，加水溶解完全，移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg硼。也可采用市售有证标准溶液。

5.8 钠标准贮存溶液：称取0.2542 g经400 ℃～450 ℃灼烧到无爆裂声的氯化钠（优级纯）于100 mL烧杯中，加入50 mL水，溶解完全后移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg钠。

5.9 镁标准贮存溶液：称取1.0000 g镁（w_{Mg}≥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 mg镁。也可采用市售有证标准溶液。

5.10 铝标准贮存溶液：称取0.5000 g铝（w_{Al}≥99.99%）于250 mL烧杯中，加入50 mL盐酸（5.4），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1 mg铝。也可采用市售有证标准溶液。

5.11 钾标准贮存溶液：称取0.1907 g经500 ℃～600 ℃烘至恒重的氯化钾（优级纯）于100 mL烧杯中，加入50 mL水，加热溶解，冷却，移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg钾。

5.12 钙标准贮存溶液：称取2.4972 g碳酸钙（基准试剂，预先在105 ℃～110 ℃烘干1 h，置于干燥器中冷却）于250 mL烧杯中，加入20 mL水润湿，缓慢滴加40 mL硝酸（5.6），加热溶解，煮沸，取下冷却至室温，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg钙。也可采用市售有证标准溶液。

5.13 钛标准贮存溶液：称取0.5000 g钛（w_{Ti}≥99.99%）于250 mL烧杯中，加入5 mL氢氟酸（5.3）和5 mL硝酸（5.2），加热溶解，冷却，补加25 mL硝酸（5.2），用水稀释至刻度，混匀。移入500 mL塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg钛。也可采用市售有证标准溶液。

5.14 钒标准贮存溶液：称取0.5000 g钒（w_{V}≥99.99%）于250 mL烧杯中，加入30 mL硝酸（5.2），加热溶解，溶液呈黄色（若呈绿色的低价钒溶液，则继续加入硝酸加热至高价的黄色溶液），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 mg钒。也可采用市售有证标准溶液。

5.15 铬标准贮存溶液：称取0.1000 g铬（w_{Cr}≥99.99%）于100 mL烧杯中，加入5 mL盐酸（5.4）和1 mL硝酸（5.6），加热溶解，冷却，移入100 mL容量瓶中，补加5 mL盐酸（5.4），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg铬。也可采用市售有证标准溶液。

5.16 锰标准贮存溶液：称取0.5000 g锰（w_{Mn}≥99.99%）于250 mL烧杯中，加入50 mL硝酸（5.2），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1 mg锰。也可采用市

售有证标准溶液。

5.17 铁标准贮存溶液：称取0.5000 g铁（w_{Fe}≥99.99%）于250 mL烧杯中，加入50 mL硝酸（5.6），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1 mg铁。也可采用市售有证标准溶液。

5.18 钴标准贮存溶液：称取0.5000 g钴（w_{Co}≥99.99%）于250 mL烧杯中，加入50 mL硝酸（5.2），加热溶解，冷却，移入500 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1 mg钴。也可采用市售有证标准溶液。

5.19 镍标准贮存溶液：称取0.5000 g镍（w_{Ni}≥99.99%）于250 mL烧杯中，加入50 mL硝酸（5.6），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1 mg镍。也可采用市售有证标准溶液。

5.20 铜标准贮存溶液：称取0.5000 g铜（w_{Cu}≥99.99%）于250 mL烧杯中，加入50 mL硝酸（5.6），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1 mg铜。也可采用市售有证标准溶液。

5.21 锌标准贮存溶液：称取0.5000 g锌（w_{Zn}≥99.99%）于250 mL烧杯中，加入50 mL硝酸（5.6），加热溶解，冷却，移入500 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1 mg锌。也可采用市售有证标准溶液。

5.22 镓标准贮存溶液：称取1.0000 g镓（w_{Ga}≥99.99%）于250 mL烧杯中，加入20 mL硝酸（5.6），加热溶解，冷却，移入1000 mL容量瓶中，加入50 mL硝酸（5.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg镓。也可采用市售有证标准溶液。

5.23 锗标准贮存溶液：准确称取0.1440 g经600 ℃灼烧过的二氧化锗于250 mL烧杯中，加入20 mL硝酸（5.6），加热溶解，冷却，移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg锗。也可采用市售有证标准溶液。

5.24 砷标准贮存溶液：称取0.5000 g砷（w_{As}≥99.99%）于250 mL烧杯中，加入50 mL硝酸（5.6），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1 mg砷。也可采用市售有证标准溶液。

5.25 锆标准贮存溶液：称取0.1000 g锆（w_{Zr}≥99.99%）于100 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入少量水和2 mL氢氟酸（5.3），再滴加2 mL硝酸（5.2），加热溶解，冷却，移入100 mL塑料容量瓶中，补加5 mL硝酸（5.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg锆。也可采用市售有证标准溶液。

5.26 铌标准贮存溶液：称取0.1000 g铌（w_{Nb}≥99.99%）于100 mL聚四氟乙烯烧杯中，缓慢加入5 mL氢氟酸（5.3）和3 mL硝酸（5.2），加热溶解，冷却，移入100 mL塑料容量瓶中，补加5 mL硝酸（5.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg铌。也可采用市售有证标准溶液。

5.27 钼标准贮存溶液：称取1.8403 g钼酸铵 [$w_{(NH4)6Mo7O24\cdot 4H2O}$≥99.99%]于250 mL烧杯中，加入少量水溶解，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg钼。也可采用市售有证标准溶液。

5.28 银标准贮存溶液：称取0.5000 g银（w_{Ag}≥99.99%）于250 mL烧杯中，加入50 mL硝酸（5.6），加热溶解，冷却，移入500 mL棕色容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1 mg银。也可采用市售有证标准溶液。

5.29　镉标准贮存溶液：称取0.5000 g镉（w_{Cd}≥99.99%）于250 mL烧杯中，加入50 mL硝酸（5.6），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1 mg镉。也可采用市售有证标准溶液。

5.30　锡标准贮存溶液：称取0.5000 g锡（w_{Sn}≥99.99%）于100 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入20 mL硝酸（5.6）和5 mL氢氟酸（5.3），加热溶解，冷却，移入500 mL塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg锡。也可采用市售有证标准溶液。

5.31　锑标准贮存溶液：称取0.5000 g锑（w_{Sb}≥99.99%）于250 mL烧杯中，加入25 mL硝酸（5.2）和3 g酒石酸，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1 mg锑。也可采用市售有证标准溶液。

5.32　铪标准贮存溶液：称取0.1000 g铪（w_{Hf}≥99.9%）于100 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入少量水和2 mL氢氟酸（5.3），再滴加1 mL硝酸（5.2），加热溶解，冷却，移入100 mL塑料容量瓶中，补加5 mL硝酸（5.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg铪。也可采用市售有证标准溶液。

5.33　钨标准贮存溶液：称取0.5000 g钨（w_{w}≥99.99%）于100 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入10 mL氢氟酸（5.3），加入5 mL硝酸（5.2），加热溶解，冷却，移入500 mL塑料容量瓶中，补加10 mL氢氟酸（5.3）和5 mL硝酸（5.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg钨。也可采用市售有证标准溶液。

5.34　铅标准贮存溶液：称取0.5000 g铅（w_{Pb}≥99.99%）于250 mL烧杯中，加入50 mL水和25 mL硝酸（5.2），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1 mg铅。也可采用市售有证标准溶液。

5.35　铋标准贮存溶液：称取0.5000 g铋（w_{Bi}≥99.99%）于250 mL烧杯中，加入50 mL硝酸（5.6），加热溶解，冷却，移入500 mL容量瓶中，补加25 mL硝酸（5.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg铋。也可采用市售有证标准溶液。

5.36　钪标准贮存溶液：称取0.3835 g三氧化二钪（w_{Sc2O3}≥99.99%，预先在800 ℃灼烧1 h，置于干燥器中冷却）于100 mL烧杯中，加入25 mL硝酸（5.2），滴加过氧化氢（5.5）至完全溶解，煮沸，冷却，移入250 mL容量瓶中，补加25 mL硝酸（5.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg钪。也可采用市售有证标准溶液。

5.37　铯标准贮存溶液：称取0.5080 g氯化铯（光谱纯，105℃烘干2 h，置于干燥器中冷却）于250 mL烧杯中，加水溶解后，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg铯。也可采用市售有证标准溶液。

5.38　铊标准贮存溶液：称取0.1117 g三氧化二铊（基准试剂，预先在100 ℃～105 ℃烘1 h，置于干燥器中冷却）于100 mL烧杯中，加入少量水和10 mL硝酸（5.2）低温加热溶解，冷却，移入100 mL容量瓶中，加入5 mL硝酸（5.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg铊。也可采用市售有证标准溶液。

5.39　混合标准溶液：分别移取2.00 mL硼、钠、镁、铝、钾、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、镓、锗、砷、锆、铌、钼、银、镉、锡、锑、铪、钨、铅和铋元素标准贮存溶液（5.7～5.35）于1000 mL塑料容量瓶中，加入20 mL硝酸（5.2）和2 mL氢氟酸（5.3），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含硼、钠、镁、铝、钾、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、镓、锗、砷、锆、铌、钼、银、镉、锡、锑、铪、钨、铅和铋各2 μg。互有化学干扰、产生沉淀的元素应分组配制，并

选择合适的介质。

5.40　混合内标溶液A：分别移取1.00 mL钪、铯和铊标准贮存溶液（5.36～5.38）于1000 mL容量瓶中，加入10 mL硝酸（5.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含钪、铯和铊各1 μg。

5.41　混合内标溶液B：移取20.00 mL混合内标溶液A（5.40）于100 mL容量瓶中，加入1 mL硝酸（5.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含钪、铯和铊各200 ng。

6　仪器设备

电感耦合等离子体质谱仪，配备耐氢氟酸进样系统和碰撞/反应池系统。各元素推荐的同位素质量数和内标元素见表1。

表 1　各元素推荐的同位素质量数及内标元素

元素	同位素质量数	内标元素	元素	同位素质量数	内标元素	元素	同位素质量数	内标元素
B	11	Sc	Co	59	Sc	Cd	111	Cs
Na	23	Sc	Ni	60	Sc	Sn	118	Cs
Mg	24	Sc	Cu	63	Sc	Sb	121	Cs
Al	27	Sc	Zn	66	Sc	Hf	178	Tl
K	39	Sc	Ga	69	Sc	W	184	Tl
Ca	40 / 44	Sc	Ge	72 / 74	Sc	Pb	208	Tl
Ti	47	Sc	As	75	Sc	Bi	209	Tl
V	51	Sc	Zr	91	Cs	Sc	45	—
Cr	52	Sc	Nb	93	Cs	Cs	133	—
Mn	55	Sc	Mo	95	Cs	Tl	205	—
Fe	56	Sc	Ag	107	Cs	—	—	—

注 1：K、Ca、Fe采用碰撞/反应模式，K也可以采用冷焰。

注 2：可采用其他内标元素。

7　样品

样品为粉状或加工成长度不超过 2 mm 的碎屑。

8　试验步骤

8.1　试料

称取 0.10 g 样品（7），精确至 0.0001g。

8.2　平行试验

平行做两份试验，取其平均值。。

8.3　空白试验

随同试料（8.1）做空白试验。

8.4 分析试液的制备

将试料（8.1）置于 50 mL 聚四氟烧杯中，加入 2 mL 氢氟酸（5.3）和 1 mL～2 mL 硝酸（5.2），加热至溶解完全，或于高压消解罐中通过微波辅助消解直至样品溶解完全。冷却后移入 100 mL 塑料容量瓶中，加入 1.00 mL 混合内标溶液 A（5.40），用水稀释至刻度，混匀。

8.5 标准系列溶液的配制

分别移取 0 mL、0.10 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL 混合标准溶液（5.39）于一组 100 mL 塑料容量瓶中，按 8.4 补加氢氟酸（5.3）和硝酸（5.2），加入 1.00 mL 混合内标溶液 A（5.40），用水稀释至刻度，混匀。根据需要，加入与分析试液（8.4）相同浓度的基质组分。工作曲线的浓度梯度可根据分析试液中待测元素的质量浓度进行调整，至少包括 5 个标准点。

8.6 测定

8.6.1 于电感耦合等离子体质谱仪上，在仪器运行稳定后，在选定的仪器工作条件下，按表 1 推荐的同位素质量数，测定标准系列溶液（8.5）。内标元素也可通过在线引入混合内标溶液 B（5.41）的方式加入。以待测元素的质量浓度为横坐标，待测元素与内标元素信号强度的比值为纵坐标，绘制标准工作曲线。工作曲线线性相关系数应大于 0.999。

8.6.2 依次测定空白试液（8.3）及分析试液（8.4）。仪器根据标准工作曲线，自动进行数据处理，计算并输出空白试液及分析试液中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 计，按公式（1）计算：

$$w_x = \frac{(\rho_x - \rho_0)\cdot V\times 10^{-9}}{m}\times 100\% \quad \cdots\cdots\cdots\

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表 2 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）的情况不超过 5%。重复性限（r）按照表 2 数据采用线性内插法或外延法求得。实验室间试验结果得到的统计数据见附录 A。

表 2　重复性限（r）

w_x/%			
r/%			

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 3 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）按照表 3 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 3　再现性限（R）

w_x/%			
R/%			

11　试验报告

试验报告至少应给出以下内容：

——试验对象；

——本文件编号；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——观测到的异常现象；

——试验日期。

附 录 A
（资料性）
实验室间试验结果统计数据

精密度数据是在202X年由XX家实验室对XX个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的痕量杂质含量在重复性条件下独立测定7次。数据统计结果见下表A.1。

表A.1 实验室间数据统计结果

元素	水平	结果可接受的实验室个数	可接受的数据个数	平均值/%	重复性标准差 S_r	再现性标准差 S_R	重复性限 r/%	再现性限 R/%