

团体标准

T/CSTM XXXXX—202X

熔盐氯化渣 钛、钪、锆、铁、锰、镁、铬、 钴、钠 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Molten salt chlorination slag—Determination of titanium, scandium,
zirconium, iron, manganese, magnesium, chromium, cobalt,
sodium—Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

(征求意见稿)

(在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上)

202X - XX - XX 发布

202X - XX - XX 实施

中关村材料试验技术联盟 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》和 GB/T 20001.4—2015 《标准编写规则 第 4 部分：试验方法标准》的规定起草。

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。

本文件由中国材料与试验标准化委员会钒钛综合利用标准化领域委员会（CSTM/FC20）提出。

本文件由中国材料与试验标准化委员会钒钛综合利用标准化领域委员会（CSTM/FC20）归口。

引 言

熔盐氯化渣是熔盐氯化法制备海绵钛、钛白粉等工艺所产生的废渣，为高效回收利用其富含的钛、钪、锆、铁、锰、镁、铬、钴、钠等高价金属元素，为资源化环保利用处理提供技术保障，拟制订检测熔盐氯化渣中钛、钪、锆、铁、锰、镁、铬、钴、钠元素含量的团体标准

熔盐氯化渣 钛、钪、锆、铁、锰、镁、铬、钴、钠 电感耦合 等离子体原子发射光谱法

警告——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了采用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定熔盐氯化渣中钛、钪、锆、铁、锰、镁、铬、钴、钠含量的试剂或材料、仪器设备、样品、试验步骤、分析结果及其表示、精密度和试验报告。

本文件适用于熔盐氯化渣中钛、钪、锆、铁、锰、镁、铬、钴、钠含量的测定，测量范围见表1。

表1 各元素测定范围

元素	测定范围（质量分数） %	元素	测定范围（质量分数） %
钛	1.0~10.0	镁	1.0~10.0
钪	0.001~0.50	铬	0.001~0.50
锆	0.001~0.50	钴	0.001~0.50
铁	1.0~10.0	钠	1.0~10.0
锰	0.10~5.0	—	—

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 6379.1 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第1部分：总则与定义
GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法
GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
GB/T 6730.1 铁矿石 分析用预干燥试样的制备
GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
GB/T 10322.1 铁矿石 取样和制样方法
GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶
GB/T 12807 实验室玻璃仪器 分度吸量管
GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

熔盐氯化渣 Molten salt chlorination slag

一种采用熔盐氯化法制备海绵钛、钛白粉等钛基产品过程中产生的工业废渣。

4 原理

试料用盐酸、硝酸、氢氟酸、硫酸消解，加热冒烟赶酸后取下，冷却，以盐酸酸化和水稀释定容。将试液引入电感耦合等离子体原子发射光谱仪，测量各元素分析谱线的信号强度，根据校准曲线回归方程计算待测元素的含量。

5 试剂或材料

5.1 一般要求

分析中除另有说明外，仅使用优级纯及以上纯度的试剂和符合 GB/T 6682 规定的二级及二级以上去离子水或其它纯度相当的水。

5.2 氢氟酸

$$\rho \approx 1.18 \text{ g/mL}$$

5.3 盐酸

$$\rho \approx 1.19 \text{ g/mL}$$

5.4 硝酸

$$\rho \approx 1.42 \text{ g/mL}$$

5.5 硫酸

$$\rho \approx 1.84 \text{ g/mL}$$

5.6 硫酸（1+1）

将硫酸（5.5）一边搅拌一边缓慢倒入水中混匀，硫酸（5.5）与水的体积比为 1:1。

5.7 标准储备溶液，1.00 mg/mL

钛、钪、锆、铁、锰、镁、铬、钴、钠的单元素标准储备溶液，配制方法见附录 A，也可采用其它国家标准进行配制或使用有证标准物质/样品（标准溶液中不应含有 HF）。

5.8 氩气，纯度不低于 99.99%。

6 仪器设备

6.1.1 本文件不限定电感耦合等离子体原子发射光谱仪型号，不指定特殊的分析谱线；使用时，应根据仪器特点检查谱线的背景校正位置以及光谱干扰情况；

6.1.2 电感耦合等离子体原子发射光谱仪的初始调节应满足仪器说明书要求、符合实验室定量分析操作规程，并按 8.5.3 进行仪器的准备和确认。

6.1.3 电感耦合等离子体原子发射光谱仪按附录 B 进行仪器设备性能试验,技术指标应满足下列要求:

- a) 各元素检测限见表 B.1;
- b) 每条使用的分析谱线的带宽宽度小于 0.03 nm;
- c) 较短时间内连续测 10 次待测元素校准曲线的最高浓度的净强度相对标准偏差不得超过 1.5%;
- d) 在不少于 2h 内, 间隔 15 min 以上, 重复测量 6 次待测元素的校准曲线的最高浓度的净强度相对标准偏差不得超过 3%。

6.2 单刻度容量瓶、分度吸量管、单标线吸量管

单刻度容量瓶、分度吸量管和单标吸量管应分别符合 GB/T 12806、GB/T 12807 和 GB/T 12808 的要求。

6.3 聚四氟乙烯烧杯

容量不小于 250 mL。

6.4 天平

精度: 0.1mg。

6.5 烘箱

控温精度 $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

7 样品取制样

按照 GB/T 10322.1 的规定进行试样的采取和制备, 试样应全部通过 0.125 mm 筛孔, 并按 GB/T 6730.1 进行干燥。

8 步骤

8.1 测定次数

对同一试样(8.2), 至少独立测定2次。

8.2 试料

称取试样0.200 g, 精确至0.000 1 g。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验测定, 所用试剂应取自同一试剂瓶。

8.4 验证试验

随同试料分析同类型标准样品/物质。

8.5 测定

8.5.1 试液的制备

将试料（8.2）置于聚四氟乙烯烧杯（6.3）中，以10 mL~15 mL水冲洗杯壁和分散试料，加入4 mL氢氟酸（5.2）、15 mL盐酸（5.3）、5 mL硝酸（5.4）和10 mL硫酸（5.6），置于电热板上低温加热反应至样品基本消解完全，再高温加至产生浓白烟雾，保持冒烟状态5 min~10 min；如果试料消解不完全存有残渣，可在冒浓白烟雾时，数次滴加硝酸（5.4）进行强氧化，再保持冒烟状态5 min~10 min。

取下冷却至室温；加入约5 mL盐酸（5.3）和20 mL水，加热煮沸溶液至澄清，冷却至室温，移入100 mL容量瓶，用水定容。

8.5.2 校准曲线标准溶液的配制

按表1加入待测元素钛、钪、锆、铁、锰、镁、铬、钴、钠的标准溶液和10 mL（1+1）硫酸（5.6），以水定容于100 mL容量瓶，制备8个校准标准溶液。

表 1 待测元素推荐系列校准溶液

序号	钪、锆、铬、钴					钛、锰				
	标准溶液			校准溶液		标准溶液			校准溶液	
	附录 A	浓度(μg/mL)	分取体积(mL)	浓度(μg/mL)	对应含量(%)	附录 A	浓度(μg/mL)	分取体积(mL)	浓度(μg/mL)	对应含量(%)
1		0.00	0.00	0.00	0.000		0.00	0.00	0.00	0.000
2	A. 12	1.00	2.00	0.02	0.001	A. 13	100.00	2.00	2.00	0.100
3	A. 11	10.00	2.00	0.20	0.010		100.00	5.00	5.00	0.250
4		10.00	5.00	0.50	0.025		1000.00	1.00	10.00	0.500
5	A. 10	100.00	1.00	1.00	0.050	A. 1 A. 5	1000.00	2.00	20.00	1.00
6		100.00	2.00	2.00	0.100		1000.00	4.00	40.00	2.00
7		100.00	5.00	5.00	0.250		1000.00	6.00	60.00	3.00
8		100.00	10.0	10.00	0.500		1000.00	10.00	100.00	5.00
序号	铁、钠、镁					—				
	标准溶液			校准溶液		—				
	附录 A	浓度(μg/mL)	分取体积(mL)	浓度(μg/mL)	对应含量(%)	—	—	—	—	—
1		0.00	0.00	0.00	0.000	—	—	—	—	—
2	A. 14	100.00	2.00	2.00	0.100	—	—	—	—	—
3	A. 4 A. 6 A. 9	2000.00	0.50	10.00	0.500		—	—	—	—
4		2000.00	1.00	20.00	1.00		—	—	—	—
5		2000.00	3.00	60.00	3.00		—	—	—	—
6		2000.00	5.00	100.00	5.00	—	—	—	—	—
7		2000.00	8.00	160.00	8.00		—	—	—	—
8		2000.00	10.00	200.00	10.00		—	—	—	—

8.5.3 仪器的准备和确认

8.5.3.1 开启电感耦合等离子体原子发射光谱仪及其附属设备，点燃等离子体，直至仪器运行状态稳定。

8.5.3.2 设置待测元素分析谱线（见表C.1）及其仪器工作条件（见表C.2）。

8.5.3.2 仪器性能指标应符合6.1.3的要求。

8.5.4 校准曲线的绘制

仪器准备和确认完成后，按照校准曲线标准溶液（8.5.2）浓度由低至高依次测量各待测元素的光谱信号强度，每次测量之间吸入水或稀盐酸溶液冲洗，每个浓度的试液应重复测量至少3次，取3个读数的平均值。以分析谱线的光谱信号强度值减去同步背景信号强度的净强度值作为纵坐标、校准溶液中待测元素的浓度值作为横坐标绘制校准曲线。计算相关系数，相关系数应大于0.999。

8.5.5 试液的测定

在与8.5.4相同条件下测量空白试液（8.3）和试样溶液（8.5.1）的光谱强度，每次测量之间吸入水冲洗，试液应重复测量至少3次。取3个读数的平均值，计算机采集所测定的试样溶液中待测元素分析谱线的净强度信号，由校准曲线（8.5.4）计算出元素在溶液中的含量结果。

9 分析结果及其表示

9.1 结果计算

根据试液的光谱信号净强度值从校准曲线的回归方程中分别计算各元素的浓度值，按式（1）计算被测元素M的含量 ω_M ，以质量分数（%）表示。

$$\omega_M = \frac{V \times (c - c_0) \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ω_M ——待测元素含量，单位为质量分数（%）；

C ——试液中待测元素浓度值，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

c_0 ——空白试液中待测元素浓度值，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V ——被测试液的体积，单位为毫升（ mL ）；

m ——试料质量，单位为克（ g ）。

9.2 分析结果的确定和表示

同一试样两次独立分析结果差值的绝对值不大于允许差，则取算术平均值作为分析结果。如果两次独立分析结果差值的绝对值大于允许差，则按照附录D的规定追加测量次数并确定分析结果。分析结果按GB/T 8170修约，当 $\omega_M < 0.1\%$ 时，修约至小数点后三位；当 $0.1\% \leq \omega_M < 1\%$ 时，修约至小数点后两位；当 $\omega_M \geq 1\%$ 时，修约至小数点后一位。

10 精密度

本标准的精密度数据是在2025年由7个实验室，对6个水平的钛、钪、锆、铁、锰、镁、铬、钴、钠含量进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的钛、钪、锆、铁、锰、镁、铬、钴、钠含量在GB/T 6379.1规定的重复性条件下独立测定3次。共同精密度试验数据按GB/T 6379.2进行统计分析，统计结果表明钛、钪、锆、铁、锰、镁、铬、钴、钠质量分数与其重复性限 r 和再现性限 R 间分别存在线性函数或对数函数关系，精密度函数关系式见表2。精密度原始数据见附录E。

表 2 精密度函数关系式

元素	质量分数， %	重复性限 r	再现性限 R
钛	0. 10%~5.0%	$\lg r = -1.4569 + 0.6117 \lg m$	$\lg R = -0.8051 + 0.2811 \lg m$
钪	0. 001%~0.50%	$\lg r = -1.5026 + 0.8965 \lg m$	$R = 0.00101 + 0.10916 m$
锆	0. 001%~0.50%	$\lg r = -1.6677 + 0.7395 \lg m$	$\lg R = -1.5226 + 0.5214 \lg m$
铁	1.0%~10.0%	$\lg r = -1.4139 + 0.5813 \lg m$	$R = 0.1217 + 0.0317 m$
锰	0. 10%~5.0%	$r = 0.008 + 0.02313 m$	$R = 0.02528 + 0.07969 m$
镁	1.0%~10.0%	$r = 0.00847 + 0.02587 m$	$\lg R = -0.9632 + 0.5139 \lg m$
铬	0. 001%~0.50%	$\lg r = -1.631 + 0.6211 \lg m$	$R = 0.1582 m$
钴	0. 001%~0.50%	$\lg r = -1.654 + 0.6537 \lg m$	$R = 0.00102 + 0.08294 m$
钠	1.0%~10.0%	$\lg r = -1.3627 + 0.654 \lg m$	$\lg R = -0.4813 + 0.3219 \lg m$
在重复性条件下，获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于重复性限（r），若大于重复性限（r），不应超过 5%。 在再现性条件下，获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限（R），若大于再现性限（R），不应超过 5%。			

11 试验报告

- 试验报告应包括但不限于下列内容：
- 试验报告应包括但不限于下列内容：
- a) 实验室名称和地址；
 - b) 试验报告发布日期；
 - c) 采用标准；
 - d) 样品识别必要的详细说明；
 - e) 分析结果；
 - f) 结果的测定次数；
 - g) 测定过程中存在的任何异常特性以及标准中未规定而可能对试样或认证标样的分析结果产生影响的任何操作。

附 录 A
(规范性)
标准储备溶液配制方法

A.1 钛标准储备溶液, 1.00 mg/mL。

称取 0.500 0 g 金属钛(纯度不低于 99.99%)于 500 mL 聚四氟乙烯烧杯中, 加入 2 mL 氢氟酸和 5 mL 硝酸加热溶解完全, 加入 20 mL 硫酸(1+1)高温加热蒸发至产生三氧化硫白烟约 5 min, 取下冷却至后移入 500 mL 容量瓶中, 用水稀释到刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 1.00 mg 钛。

A.2 钪标准储备溶液, 1.00 mg/mL。

称取 0.250 0 g 的金属钪粉(纯度不小于 99.99%)置于 500 mL 锥形瓶中, 加入 10 mL 硝酸和 20 mL 盐酸, 加热溶解完全, 冷却至室温后转移到 250 mL 容量瓶中, 以水定容。此溶液 1 mL 含 1.00 mg 钪。

A.3 锆标准储备溶液, 1.00 mg/mL。

称取 1.766 4 g 氧化锆酐($\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$)(纯度不低于 99.99%)置于 500 mL 锥形瓶中, 加入 50 mL (1+9) 盐酸, 加热溶解完全, 冷却后, 移入 500 mL 容量瓶, 以(1+9) 盐酸定容。此溶液 1 mL 含 1.00 mg 锆。

A.4 铁标准储备溶液, 2.00 mg/mL。

称取 1.000 0 g 的金属铁粉(纯度不小于 99.99%)置于 500 mL 锥形瓶中, 加入 100 mL (1+1) 盐酸, 加热溶解完全, 冷却至室温后转移到 500 mL 容量瓶中, 以水定容。此溶液 1 mL 含 2.00 mg 铁。

A.5 锰标准储备溶液, 1.00 mg/mL。

准确称取 0.500 0 g 的金属锰粉(纯度不小于 99.99%)于 500 mL 锥形瓶中, 加入 40 mL (1+2) 硝酸加热溶解完全, 煮沸驱尽氮氧化物, 冷却至室温后转移到 500 mL 容量瓶中, 以水定容。此溶液 1 mL 含 1.00 mg 锰。

A.6 镁标准储备溶液, 2.00 mg/mL。

称取 1.000 0 g 的金属镁粉(纯度不小于 99.99%)置于 500 mL 锥形瓶中, 加入 100 mL (1+2) 盐酸, 加热溶解完全, 冷却至室温后转移到 500 mL 容量瓶中, 以水定容。此溶液 1 mL 含 2.00 mg 镁。

A.7 铬标准储备溶液, 1.00 mg/mL。

准确称取 0.500 0 g 的金属铬粉(纯度不小于 99.99%)置于 500 mL 锥形瓶中, 加入 60 mL (1+1) 盐酸, 加热溶解完全, 冷却至室温后转移到 500 mL 容量瓶中, 以水定容。此溶液 1 mL 含 1.00 mg 铬。

A.8 钴标准储备溶液, 1.00 mg/mL。

称取 0.7037 g 的三氧化二钴(Co_2O_3)(纯度不小于 99.99%, 105°C干燥 1h)置于 500 mL 锥形瓶中, 加入 30 mL 硝酸(1+1)加热溶解完全, 冷却至室温后转移到 500 mL 容量瓶中, 以水定容。此溶液 1 mL 含 1.00 mg 钴。

A.9 钠标准储备溶液, 2.00 mg/mL。

称取 2.5420 g 的氯化钠(NaCl)(纯度不小于 99.99%, 105°C干燥 1h)置于 500 mL 锥形瓶中, 加入 30 mL (1+2) 盐酸, 加热溶解完全, 冷却至室温后转移到 500 mL 容量瓶中, 以水定容。此溶液 1 mL 含 2.00 mg 钠。

A.10 钪、锆、铬、钴混合标准溶液(100.00 $\mu\text{g/mL}$)

分别移取 1.00 mg/L 的钪、镓、锆、铬、钴的标准储备溶液（A.2、A.3、A.7、A.8）各 10.0 mL 于 100 mL 容量瓶，加入 5.0 mL 盐酸（5.3），以水定容。此溶液 1 mL 含有钪、锆、铬、钴各 100.00 μg 。

A.11 钪、锆、铬、钴混合标准溶液(10.00 $\mu\text{g/mL}$)

移取 100.00 g/mL 的钪、镓、锆、铬、钴混合标准溶液（A.10）10.0 mL 于 100 mL 容量瓶，加入 5.0 mL 盐酸（见 5.3），以水定容。此溶液 1 mL 含钪、锆、铬、钴各 10.00 μg 。

A.12 钪、镓、锆、铬、钴混合标准溶液(1.00 $\mu\text{g/mL}$)

移取 10.00 g/mL 的钪、镓、锆、铬、钴混合标准溶液（A.11）10.0 mL 于 100 mL 容量瓶，加入 5.0 mL 盐酸（见 5.3），以水定容。此溶液 1 mL 含钪、镓、锆、铬、钴各 1.00 μg 。

A.13 钛、锰混合标准溶液(100.00 $\mu\text{g/mL}$)

分别移取 1.00 mg/L 的钛（A.1）、锰标准储备溶液（A.6）各 10.0 mL 于 100 mL 容量瓶，加入 10.0 mL 盐酸（见 5.3），以水定容。此溶液 1 mL 含有钛、锰各 100.00 μg 。

A.14 铁、钠、镁混合标准溶液(100.00 $\mu\text{g/mL}$)

分别移取 2.00 mg/mL 的铁、钠、镁的标准储备溶液（A.4、A.9、A.6）各 5.0 mL 于 100 mL 容量瓶，加入 5.0 mL 盐酸（5.3），以水定容。此溶液 1 mL 含有铁、钠、镁各 100.00 μg 。

附 录 B
(规范性)
电感耦合等离子体原子发射光谱仪性能试验

B.1 目的

本附录中给出的性能试验目的在于使用不同类型的仪器对等离子体光谱仪的性能进行适当的测定，允许不同的仪器使用不同的操作条件，但等离子体光谱仪最终能产生一致的结果。

整个性能试验步骤用三个基本参数考核：检出限（DL），相对标准偏差（RSD）和分析谱线光谱带宽。

元素检出限见表 B.1。

表 B.1 元素检测限

元 素	DL (μg/mL)
Ti	≤1.00
Sc	≤0.01
Zr	≤0.01
Fe	≤1.00
Mn	≤1.00
Mg	≤1.00
Cr	≤0.01
Co	≤0.01
Na	≤1.00

B.2 参比溶液

制备 3 份与待测样品相似浓度的酸、基体元素的溶液，含待测元素浓度分别为：0 浓度水平（0×DL），10 倍检测限（10×DL），1000 倍检测限（1000×DL）。制备参比溶液的检出限可以是实验室值或是表 B.1 中给出的估计值。

注：对于试样溶液中元素浓度高于5000×DL，RSD是唯一的需要评价的性能参数。

B.3 程序和操作

按仪器说明书和实验室定量分析的实践经验对等离子体原子发射光谱仪进行最初的调节。

吸入空白溶液，读取10次分析谱线的信号净强度。

吸入10倍检测限溶液，读取10次分析谱线的信号净强度。

吸入 1000 倍检测限溶液，读取 10 次分析谱线的信号净强度读取 10 次分析谱线的信号净强度。

B.4 检出限

由空白溶液和 10 倍检出限溶液的平均净强度、10 倍检出限溶液的浓度和空白试液单次溶液强度，按式（B.1）计算校准曲线的斜率，按式（B.2）计算检出限（DL）。

$$M = C_2 / (I_2 - I_b) \dots\dots\dots(B.1)$$

式中：

M——校准曲线的斜率，单位为微克每毫升（μg/mL）；

C_2 ——10 倍检出限溶液的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

I_2 ——10 倍检出限溶液 10 次原始净强度读数的平均值；

I_b ——空白溶液 10 次净强度读数的平均值。

$$S_b = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \dots\dots\dots (B.2)$$

式中：

S_b ——10 次空白溶液读数的标准偏差；

x_i ——空白溶液单次测量值；

$\bar{x}$ ——空白溶液测量值平均值；

n ——测量次数， $n=10$ 。

$$DL = 3S_b M \dots\dots\dots (B.3)$$

式中：

DL ——方法检出限，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

S_b ——10 次空白强度读数的标准偏差；

M ——校准曲线的斜率。

B.5 相对标准偏差的确定

按式（B.4）计算的净强度相对标准偏差。

$$RSD = \frac{1}{\bar{x}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \times 100\% \dots\dots\dots (B.4)$$

式中：

RSD ——相对标准偏差，%；

x_i ——10 倍检出限溶液或 1000 倍检出限溶液单次测量值，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

$\bar{x}$ ——10 倍检出限溶液或 1000 倍检出限溶液测量值平均值，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

n ——测量次数。

B.6 光谱带宽

吸喷 5 $\mu\text{g/mL}$ 的待测元素标准溶液，测量待测元素分析谱线，计算谱线的半峰宽。

附 录 C
(资料性)

电感耦合等离子体原子发射光谱仪工作参数

推荐分析谱线和电感耦合等离子体原子发射光谱仪的工作参数见表 C.1 和 C.2。

表C.1 推荐分析谱线

元 素	波长 (nm)
Ti	334.941, 336.121
Sc	361.384, 363.075
Zr	327.305, 339.198
Fe	240.488, 239.562
Mn	259.373, 293.930
Mg	285.213, 202.582
Cr	267.716, 283.563
Co	230.786, 237.862
Na	589.592

表 C.2 电感耦合等离子体原子发射光谱仪的工作参数

射频功率 (W)	观测高度 (mm)	辅助气流量 (L/min)	泵速 (rpm)	积分时间(s)		雾化器压力 (MPa)
				>260nm	<260nm	
1150	11.9	1.0	55	15	25	0.22

附录 D
(规范性)

试验样分析值接受程序流程图

试样分析值结果接受程序流程图见图D. 1。

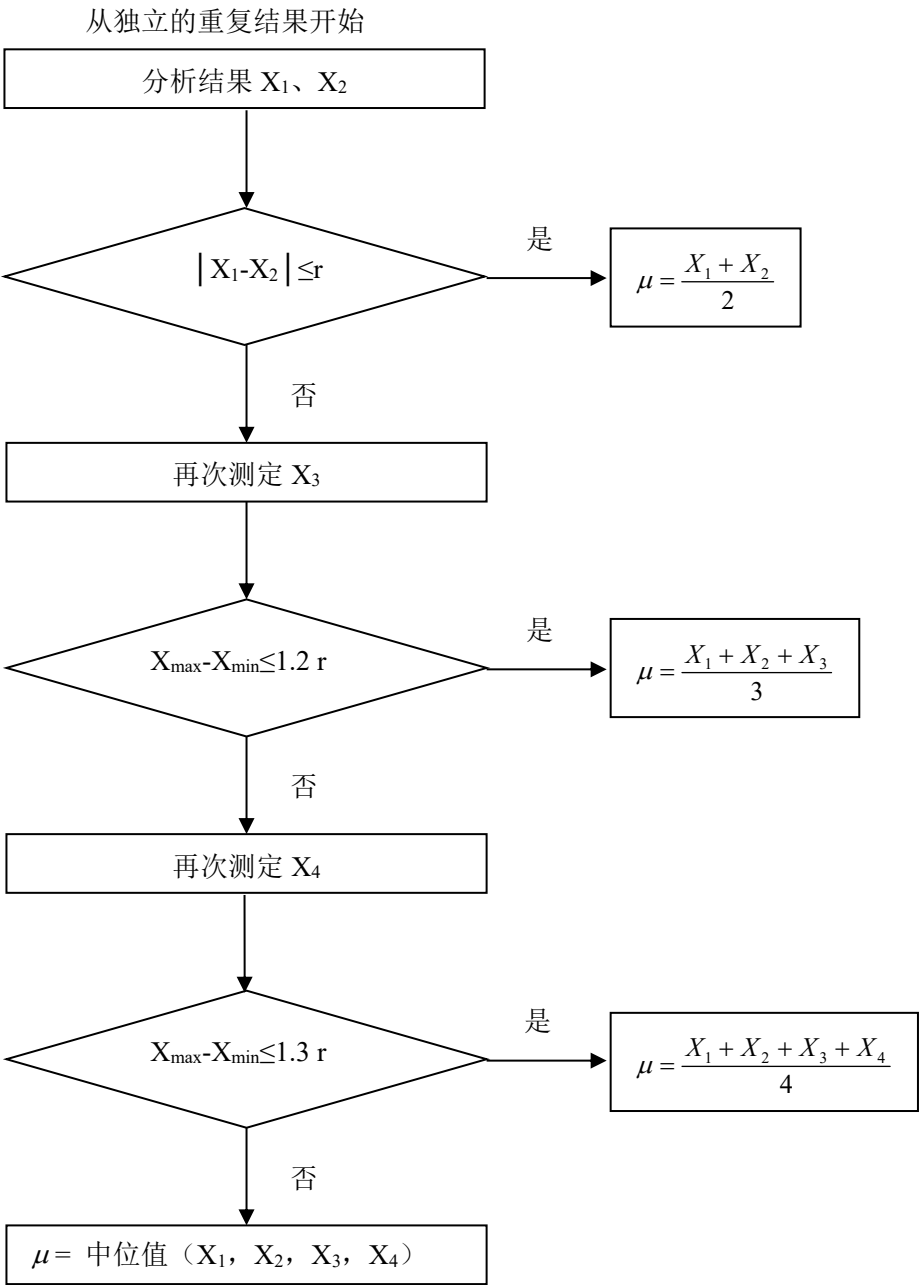


图 D.1 试样分析值结果接受程序流程

附 录 E
(资料性)
共同精密度试验数据

共同精密度试验于 2025 年由 7 个实验室对 6 个水平的熔盐氯化渣中钛、钪、锆、铁、锰、镁、铬、钴、钠含量进行共同分析测定，每个实验室对每个水平的待测元素含量在重复性条件下独立测定 3 次，精密度试验原始数据见表 E. 1~E. 9。

表 E.1 元素钛精密度试验原始数据

实验室	水平					
	1	2	3	4	5	6
1	1.0540	0.3291	0.2923	2.3250	3.3250	5.2300
	1.0397	0.3350	0.2852	2.3350	3.3180	5.1460
	1.0020	0.3307	0.2896	2.3180	3.3530	5.2140
2	1.1130	0.3550	0.3183	2.3240	3.3170	5.1160
	1.1270	0.3660	0.3131	2.3560	3.2590	4.9040
	1.1410	0.3539	0.3011	2.3410	3.3430	5.0090
3	1.0290	0.3437	0.3383	2.3160	3.4220	5.0350
	1.0630	0.3458	0.3480	2.2530	3.4750	4.9813
	1.0320	0.3536	0.3263	2.2900	3.4580	4.9720
4	1.1950	0.4244	0.3630	2.3162	3.3250	5.0545
	1.1840	0.4366	0.3662	2.3375	3.3235	5.0857
	1.2000	0.4383	0.3651	2.3587	3.3315	5.0854
5	1.1840	0.3380	0.2990	2.3260	3.3380	5.1680
	1.1670	0.3260	0.3100	2.2960	3.3430	5.1930
	1.2020	0.3400	0.3050	2.2910	3.3620	5.1760
6	1.2100	0.4700	0.3500	2.4300	3.4900	5.4500
	1.1900	0.4800	0.3500	2.4200	3.5000	5.5700
	1.2000	0.4700	0.3500	2.4600	3.4600	5.4900
7	1.0870	0.3672	0.2954	2.3740	3.2490	5.0790
	1.0860	0.3702	0.2930	2.3570	3.2350	5.0490
	1.0480	0.3613	0.2976	2.3620	3.3870	5.0410

表 E.2 元素钪精密度试验原始数据

实验室	水平					
	1	2	3	4	5	6
1	0.0077	0.0042	0.0014	0.0508	0.0997	0.3718
	0.0077	0.0042	0.0015	0.0507	0.1023	0.3674
	0.0078	0.0043	0.0015	0.0515	0.0984	0.3651
2	0.0085	0.0043	0.0015	0.0529	0.1005	0.3706
	0.0080	0.0044	0.0015	0.0524	0.1017	0.3686
	0.0077	0.0042	0.0015	0.0515	0.1051	0.3783
3	0.0081	0.0034	0.0015	0.0534	0.1039	0.3852
	0.0083	0.0034	0.0015	0.0530	0.1077	0.3800
	0.0082	0.0034	0.0015	0.0533	0.1027	0.3733
4	0.0079	0.0042	0.0019	0.0517	0.1005	0.3919
	0.0075	0.0041	0.0020	0.0514	0.1002	0.3895
	0.0081	0.0042	0.0020	0.0510	0.1021	0.3899
5	0.0079	0.0044	0.0022	0.0583	0.1047	0.4083
	0.0080	0.0045	0.0022	0.0588	0.1103	0.4102
	0.0081	0.0042	0.0022	0.0586	0.1035	0.4053
6	0.0077	0.0042	0.0020	0.0530	0.1000	0.3800
	0.0079	0.0042	0.0020	0.0530	0.1000	0.3900
	0.0079	0.0042	0.0020	0.0540	0.1000	0.3800
7	0.0086	0.0057	0.0027	0.0553	0.1063	0.4296
	0.0083	0.0058	0.0028	0.0551	0.1066	0.4164
	0.0085	0.0057	0.0027	0.0556	0.1049	0.4188

表 E.3 元素锆精密度试验原始数据

实验室	水平					
	1	2	3	4	5	6
1	0.0115	0.0057	0.0032	0.0535	0.1051	0.4000
	0.0116	0.0060	0.0029	0.0513	0.1045	0.4118
	0.0112	0.0058	0.0032	0.0522	0.1000	0.4030
2	0.0111	0.0059	0.0032	0.0521	0.1076	0.4023
	0.0111	0.0058	0.0032	0.0546	0.1073	0.4007
	0.0114	0.0060	0.0028	0.0518	0.1088	0.4026
3	0.0116	0.0063	0.0033	0.0546	0.1103	0.4159
	0.0114	0.0064	0.0031	0.0535	0.1049	0.4172
	0.0115	0.0065	0.0030	0.0531	0.1041	0.4135
4	0.0109	0.0058	0.0038	0.0518	0.1035	0.4031
	0.0113	0.0059	0.0039	0.0517	0.1037	0.4050
	0.0110	0.0057	0.0037	0.0516	0.1020	0.4070
5	0.0160	0.0073	0.0040	0.0550	0.1076	0.4163
	0.0165	0.0069	0.0041	0.0548	0.1083	0.4142
	0.0158	0.0068	0.0043	0.0544	0.1079	0.4202
6	0.0094	0.0056	0.0027	0.0540	0.1000	0.4100
	0.0094	0.0056	0.0028	0.0540	0.1000	0.4300
	0.0096	0.0056	0.0028	0.0560	0.1000	0.4100
7	0.0117	0.0062	0.0029	0.0486	0.1025	0.4085
	0.0120	0.0063	0.0028	0.0515	0.1051	0.4064
	0.0121	0.0062	0.0029	0.0515	0.1016	0.4112

表 E.4 元素铁精密度试验原始数据

实验室	水平					
	1	2	3	4	5	6
1	8.2360	5.5690	1.9840	4.0410	7.5680	9.9110
	8.2430	5.5790	1.9850	4.0210	7.5640	9.9825
	8.1660	5.6590	1.9920	3.9990	7.5840	9.9842
2	8.0980	5.7310	2.0890	4.1300	7.4830	9.8820
	8.0250	5.8120	2.1430	4.1680	7.5370	9.9270
	8.0090	5.8070	2.1190	4.1650	7.5120	9.8900
3	8.2280	5.4970	1.9900	4.1100	7.7560	9.8080
	8.1970	5.5330	2.0046	4.0990	7.7280	9.8380
	8.2020	5.4610	2.0190	4.0900	7.6830	9.8160
4	8.122	5.577	2.082	4.057	7.462	10.153
	8.159	5.547	2.095	4.062	7.485	9.974
	8.206	5.525	2.090	4.068	7.422	9.989
5	8.0350	5.6120	2.1010	4.0250	7.5480	10.1640
	7.9790	5.5650	2.0680	4.0470	7.5730	10.1010
	8.0060	5.5570	2.0370	3.9960	7.5650	10.0970
6	8.4400	5.8700	2.2200	4.1100	7.7800	10.5600
	8.3500	5.7400	2.1900	4.0900	7.7800	10.8000
	8.4400	5.8600	2.1700	4.1700	7.7200	10.6700
7	8.1740	5.6840	2.0340	4.0840	7.4680	10.2500
	8.1110	5.7160	2.0200	3.9850	7.5920	10.2900
	7.9860	5.7030	2.0330	3.9660	7.5410	10.2000

表 E.5 元素锰精密度试验原始数据

实验室	水平					
	1	2	3	4	5	6
1	1.0000	0.5753	0.2675	2.2250	3.5560	5.0030
	0.9948	0.5937	0.2599	2.1990	3.6070	5.1310
	1.0010	0.6072	0.2521	2.1980	3.5850	4.9930
2	1.0040	0.5325	0.2343	2.2300	3.3560	4.7280
	1.0440	0.5388	0.2321	2.2510	3.3220	4.7250
	1.0440	0.5295	0.2426	2.2370	3.3420	4.7620
3	0.9911	0.5368	0.2486	2.1890	3.4290	4.7590
	0.9903	0.5405	0.2498	2.1820	3.4480	4.7740
	0.9883	0.5538	0.2449	2.1610	3.5310	4.7660
4	0.9907	0.5474	0.2497	2.238	3.539	4.981
	0.9800	0.5475	0.2435	2.234	3.532	4.885
	0.9848	0.5541	0.2445	2.231	3.521	4.908
5	0.9818	0.5588	0.2555	2.2990	3.5370	5.0110
	0.9943	0.5464	0.2602	2.2630	3.5160	5.0230
	1.0140	0.5308	0.2607	2.2740	3.5480	5.0040
6	1.1100	0.6000	0.2700	2.3000	3.6400	5.1100
	1.1000	0.6000	0.2700	2.2900	3.6400	5.2200
	1.1100	0.6000	0.2700	2.3300	3.6200	5.1600
7	0.9721	0.5361	0.2363	2.1290	3.5260	4.9980
	0.9692	0.5335	0.2327	2.2010	3.4660	4.9590
	0.9567	0.5293	0.2356	2.1330	3.5070	5.0380

表 E.6 元素镁精密度试验原始数据

实验室	水平					
	1	2	3	4	5	6
1	5.3500	2.2210	1.2870	3.1410	4.1540	7.3040
	5.2050	2.2290	1.2630	3.1140	4.1040	7.3380
	5.3080	2.2420	1.2900	3.1990	4.1180	7.2370
2	5.4440	2.2920	1.2430	3.2980	4.2510	7.2360
	5.4800	2.3290	1.2430	3.2950	4.2830	7.0200
	5.3790	2.2700	1.2210	3.2350	4.2240	7.1680
3	5.5020	2.1970	1.2900	3.3750	4.2110	7.2360
	5.4490	2.2140	1.2790	3.3453	4.1680	7.0200
	5.4890	2.2300	1.2760	3.3520	4.1910	7.1680
4	5.2974	2.2500	1.3265	3.3479	4.2495	7.2024
	5.3632	2.2290	1.3463	3.3237	4.2113	7.2372
	5.3005	2.2720	1.3482	3.3358	4.2145	7.2192
5	5.9660	2.5070	1.5240	3.5910	4.4920	7.9220
	5.9280	2.4640	1.4960	3.5740	4.4740	8.0180
	5.9430	2.4850	1.5110	3.5680	4.5300	7.9870
6	5.6100	2.6200	1.6000	3.6000	4.6000	7.6500
	5.6000	2.5800	1.5900	3.5900	4.6300	7.8000
	5.6100	2.6400	1.6000	3.6500	4.6100	7.7000
7	5.2500	2.2750	1.3070	3.1430	4.0370	7.1820
	5.3650	2.3200	1.3540	3.1160	4.1640	7.0370
	5.3470	2.3010	1.3470	3.1940	4.0130	7.2220

表 E.7 元素铬精密度试验原始数据

实验室	水平					
	1	2	3	4	5	6
1	0.0163	0.0346	0.0049	0.0531	0.1360	0.4058
	0.0171	0.0361	0.0060	0.0556	0.1352	0.3985
	0.0156	0.0355	0.0057	0.0560	0.1379	0.4078
2	0.0159	0.0353	0.0055	0.0561	0.1308	0.4139
	0.0159	0.0331	0.0064	0.0547	0.1321	0.4151
	0.0160	0.0336	0.0047	0.0574	0.1348	0.4166
3	0.0145	0.0337	0.0052	0.0550	0.1330	0.4048
	0.0161	0.0336	0.0048	0.0552	0.1287	0.3932
	0.0151	0.0334	0.0054	0.0522	0.1295	0.3931
4	0.0150	0.0354	0.0056	0.0549	0.1328	0.4042
	0.0151	0.0355	0.0052	0.0547	0.1379	0.4130
	0.0147	0.0361	0.0050	0.0545	0.1333	0.4084
5	0.0165	0.0343	0.0047	0.0561	0.1347	0.4160
	0.0161	0.0337	0.0049	0.0554	0.1360	0.4152
	0.0171	0.0347	0.0044	0.0556	0.1339	0.4215
6	0.0210	0.0340	0.0044	0.0580	0.1400	0.4500
	0.0270	0.0360	0.0044	0.0610	0.1500	0.4600
	0.0280	0.0360	0.0040	0.0610	0.1500	0.4700
7	0.0149	0.0356	0.0047	0.0541	0.1391	0.4175
	0.0153	0.0357	0.0048	0.0544	0.1394	0.4179
	0.0149	0.0353	0.0047	0.0530	0.1399	0.4246

表 E.8 元素钴精密度试验原始数据

实验室	水平					
	1	2	3	4	5	6
1	0.0021	0.0011	0.0005	0.0502	0.1005	0.3864
	0.0024	0.0012	0.0005	0.0498	0.1022	0.3875
	0.0022	0.0012	0.0006	0.0511	0.0997	0.3895
2	0.0022	0.0011	0.0006	0.0497	0.1002	0.3810
	0.0021	0.0012	0.0006	0.0524	0.1003	0.3846
	0.0022	0.0011	0.0007	0.0500	0.1011	0.3829
3	0.0021	0.0008	0.0005	0.0522	0.1046	0.3739
	0.0022	0.0008	0.0004	0.0517	0.1046	0.3726
	0.0022	0.0007	0.0004	0.0513	0.0984	0.3878
4	0.0030	0.0010	0.0009	0.0511	0.1010	0.3843
	0.0029	0.0010	0.0008	0.0516	0.1017	0.3966
	0.0029	0.0011	0.0008	0.0514	0.1006	0.3892
5	0.0025	0.0010	0.0008	0.0505	0.1010	0.3999
	0.0024	0.0010	0.0008	0.0507	0.1008	0.4025
	0.0024	0.0010	0.0007	0.0511	0.1017	0.4031
6	0.0028	0.0018	0.0014	0.0490	0.0970	0.3700
	0.0023	0.0017	0.0012	0.0490	0.0990	0.3700
	0.0027	0.0017	0.0014	0.0480	0.0970	0.3700
7	0.0015	0.0008	0.0005	0.0526	0.1008	0.4293
	0.0014	0.0007	0.0003	0.0515	0.1001	0.4207
	0.0008	0.0006	0.0002	0.0506	0.1069	0.4191

表 E.9 元素钠精密度试验原始数据

实验室	水平					
	1	2	3	4	5	6
1	10.2200	5.5950	2.4040	4.5590	7.5860	12.0500
	10.3500	5.6040	2.4300	4.5750	7.5720	11.9100
	10.2000	5.5900	2.4570	4.4930	7.5680	12.1400
2	10.4100	5.7090	2.4520	4.7270	7.8720	11.8900
	10.4600	5.6870	2.4580	4.6940	7.8940	12.0200
	10.4700	5.8460	2.4930	4.7240	7.8180	11.9600
3	10.3400	5.5990	2.5120	4.7460	7.9610	12.4600
	10.3600	5.5470	2.5350	4.8220	7.9150	12.5800
	10.3800	5.5640	2.5100	4.7130	8.0110	12.5700
4	10.146	5.516	2.505	4.593	7.425	11.985
	10.188	5.575	2.496	4.554	7.459	11.902
	10.067	5.487	2.562	4.573	7.468	11.965
5	10.8530	5.8400	2.8050	4.8080	7.9390	12.8470
	10.7980	5.9030	2.7740	4.8570	7.8670	12.9200
	10.8090	5.8740	2.7540	4.7950	7.9200	12.8960
6	10.5700	6.0700	2.8200	4.8600	8.1700	13.2500
	10.5200	6.0100	2.8000	4.8600	8.2100	13.5400
	10.5800	6.1200	2.8100	4.9300	8.2000	13.4000
7	10.0100	5.5690	2.4320	4.4880	7.2500	11.8700
	9.9160	5.5440	2.4480	4.3080	7.3640	11.9200
	10.1900	5.6740	2.4930	4.4050	7.1360	11.9000