

《电子级五氯化磷》

团体标准编制说明

(征求意见稿)

编制单位：湖北航欧新材料科技有限公司

编制日期：2025年06月08日

《电子级五氯化磷》

编制说明

一、任务来源

（一）任务来源

本标准由中国化工学会提出并归口，由湖北航欧新材料科技有限公司牵头制定。

（二）标准制定的目的和意义

五氯化磷是磷化工行业中一个核心产品。广泛用作氯化剂、催化剂、脱水剂、阻燃剂等功能方向，也可作为化工中间体用于磷基化工产品生产。

传统工艺五氯化磷主要应用于农药制造、医药合成、染料生产、橡胶助剂。

现行工业五氯化磷重金属测定方法（HG/T5043-2016）为目视比色法，该方法通过与铅标准溶液对比，只能确定所含金属元素大致范围。工业五氯化磷砷含量测定方法（HG/T5044-2016）为砷斑法，该方法是通过与砷标准溶液对比，估算砷元素大致含量范围。工业五氯化磷铁含量测定方法（HG/T5042-2016）为分光光度法：绘制铁标准比色溶液曲线，通过检测样品吸光值，在标准溶液曲线中查找对应数值，以上方法不能定量或检测误差较大。

现行工业五氯化磷行业标准（HG/T4108-2022）指标：五氯化磷 $\geq 99.0\%$ ，三氯化磷 $\leq 0.2\%$ ，灼烧残渣 $\leq 0.05\%$ 。该指标在包括航空航天、新能源等领域的应用中已经不能满足终端要求。电子级五氯化磷作为高纯精细化学品，主要用于航天火箭发动机绝热层材料聚磷腈、新能源领域六氟磷酸锂、六氟磷酸钠等生产，在新能源领域应用已占五氯化磷全部市场的90%以上。

本团体标准制订的五氯化磷各项指标优于行业标准：五氯化磷 $\geq 99.5\%$ ，三氯化磷 $\leq 0.05\%$ ，灼烧残渣接近未检出；增加金属元素分析检测项，通过定量分析测定17项金属元素，均达到电子级产品的控制要求范围以内。

基于此，五氯化磷的现行行业标准和检测方法已不能满足下游高端客户和终端市场需求，推行电子级五氯化磷的团体标准势在必行。制定电子级五氯化磷团体标准目的是定义五氯化磷高端市场，提高产品准入门槛，建立良好的产品供应秩序。

二、起草工作简要过程

按照中国化工学会标准制修订程序的要求，《电子级五氯化磷》团体标准的编制完成了以下工作：

（一）资料的收集

在标准编制过程中，起草工作组收集了以下资料：

- 标准的基本信息
- 企业资质和简介
- 技术负责人的资质
- 编制单位的联系方式和联系人
- 标准编制计划和相关文件
- 工作简况
- 编制的原则和技术内容
- 与国际和国外标准的关系
- 与其他标准、法律、法规的关系
- 重大分歧意见的处理
- 标准实施的建议和措施
- 其他予以说明的事项
- 参考的标准和文件

（二）标准的起草

1. 2024年4月至2024年8月，项目组完成标准的前期预研工作。
2. 2024年4月，召开标准启动会，成立起草工作组，正式启动《电子级五氯化磷》的团体标准编制工作，根据启动会企业代表意见，修改完成《电子级五氯化磷团体标准》工作组初稿。
3. 2025年2月至2025年5月，工作组成员根据启动会讨论内容和要求，开展验证试验，按照标准指标项要求，开展了产品指标数据验证试验，并在此基础上统一各方意见，形成标准征求意见稿。

（三）主要参加单位和工作组成员

标准起草单位为湖北航欧新材料科技有限公司、三峡公共检验检测中心（国家磷产品质量检验检测中心（湖北））、湖北省产品质量监督检验研究院、合肥市赛纬电子材料有限公司、江西吉翔医药化工有限公司、江西金光高科有限公司、松岩新能源材料（全南）有限公司、江西省奉新金欣化工有限公司、江西永顺新材料有限公司具体情况如表1所示。

表1 主要参加单位和工作组成员表

成员姓名	所在单位	专业方向	邮箱
况庆雷	湖北航欧新材料科技有限公司	化工	
过海斌		精细化工	grantghb@163.com
杨凡		应用化学	
黄华	三峡公共检验检测中心（国家磷	化工	

	产品质量检验检测中心（湖北）		
皮向东	湖北省产品质量监督检验研究院	化工	
胡武	合肥市赛纬电子材料有限公司	化工	whu@sw-zh.com
杨慧慧		化工	
程小霞	江西吉翔医药化工有限公司	化工	
马爱琴		化工	
陈效飞	江西金光高科有限公司	化工	
蔡禹元	松岩新能源材料（全南）有限公司	化工	
魏源	江西省奉新金欣化工有限公司	化工	weiyuan990187@126.com

三、编写原则和确定标准主要内容的依据

（一）标准的编写原则

本标准的制定坚持严格要求与适宜性、可操作性相结合的原则。标准编制所涉及的产品技术指标，应不低于目前国内相关行业标准规定的限量指标；严格要求即标准的编制应严格遵循《团体标准管理规定》，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》及相关规定进行；适宜性既要充分考虑到本行业的发展现状与特点及对检测项目的设置与指标控制，又要有一个适宜性的范围与程度，从而提高标准贯彻实施的可操作性。

本标准五氯化磷各项含量指标优于 HG/T 4108-2022《工业用五氯化磷》行业标准优等品规格；除结构调整和编辑性改动外，借鉴了实际生产过程中的相关工艺指标并把相关金属离子指标要求纳入了本标准中，使标准内容及指标更加符合实际运用。

（二）确定标准主要内容的依据

本标准主要参考了的国家标准、行业标准等法规性文件包括：

GB 190-2009 危险货物包装标志

GB/T 191-2008 包装储运图示标志

GB/T 601-2016 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602-2002 化学试剂杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603-2002 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 8170-2008 数值修约规则和极限数值的表示和判定

GB/T 6678-2003 化工产品采样总则

GB/T 6679-2003 固体化工产品采样通则

GB/T 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB 15258-2009 化学品安全标签编写规定

GB/T 9741-2008 化学试剂 灼烧残渣测定通用方法

HG/T 3606-2009 工业用三氯氧磷

HG/T 4108-2022 工业用五氯化磷

GB/T 30902-2014 无机化工产品 杂质元素的测定 电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES)

GB/T 11446.1-2013 电子级水

四、技术经济分析论证和预期的经济效益

本标准内容已应用于正常生产运行控制和销售控制指标，反映良好，本标准颁布实施后，电子级五氯化磷生产和使用单位均可采用该标准，本标准将随应用情况进行完善。本标准的制定有助于推动行业的健康、有序发展。促进技术进步、提高产品质量、优化产业结构，为磷化工行业发展提供有力支撑。

五、采用国际标准和国外先进标准情况及水平对比

本标准无对应的国际标准和国外先进标准，电子级五氯化磷产品指标均符合电子级产品行业要求，符合《团体标准管理规定》。

六、与现行法律、法规、政策及相关标准的协调性

本标准符合《中华人民共和国标准化法》、《团体标准管理规定》等法律、法规和强制性标准的相关规定，与其他法律、法规和强制性标准无关。未发现与本标准相关的知识产权及专利。

六、贯彻实施标准的措施和建议

本标准发布后，建议标准文本出版发行，将在五氯化磷生产行业内开展本标准的宣贯工作，将本标准内容最大程度为相关专业人员熟知。

七、其他应予以说明的事项

无

试验数据



电子级五氯化磷检验原始记录

产品名称/类型	电子级五氯化磷	产品批号	202504090	抽样地点	丙类仓库
包装规格	40kg/桶	批次数量	2689kg	抽样人	杨凡
抽样日期	2025.04.16	检验日期	2025.04.17	室温	23℃

一、检验项目名称：外观

检测依据	HG/T 4108-2022	
仪器设备	仪器名称	/
	仪器型号	/
	仪器编号	/
试验环境	温度 22℃	相对湿度 55%
试验过程	用50mL透明塑料瓶装满样品置入自然光线下，白色背景前，目视观察，应为淡黄色晶体或粉末。	
试验结果	淡黄色晶体	

二、检验项目名称：五氯化磷含量

检测依据	HG/T 4108-2022			
仪器设备	仪器名称	电子天平	滴定管	
	仪器型号	PTX-FA210	棕色碱式滴定管	
	仪器编号	2302214156	080237	
试验环境	温度 22℃	相对湿度 55%		
试验过程	<p>1、试样溶液的制备： 迅速称取约1g试样，置于已知质量的干燥称量瓶中，立即盖严，称量（精确到0.0001g）。</p> <p>将装有试样的称量瓶放入盛有300mL蒸馏水的水解瓶中，将水解瓶盖紧，水封，轻轻摇动。待称量瓶的盖打开，水流进称量瓶，将水解瓶放入（20±1）℃的水中冷却，并间断轻轻摇动水解瓶，水解1h±5min。样品全部水解后，将溶液全部移入500mL容量瓶中，静置至室温，用水稀释至刻度，摇匀。</p> <p>2、测定 用移液管量取20mL试样溶液，置于250mL三角烧瓶中，加入40mL水，再加入3滴溴酚蓝指示液，缓缓滴加氢氧化钠溶液，使溶液由黄色变为蓝色。 滴加硝酸溶液，使溶液由蓝色变为黄色，再过量3滴，加1mL二苯偶氮碳酰肼指示液，用硝酸汞标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变为紫红色为终点。 空白试验与试样溶液测定同时进行，其测定步骤和所用试剂用量均与测定试样溶液时相同，只是用20mL水代替试样溶液。</p>			
试验结果记录及计算	记录项目		1	2
	试样质量	m(g):	1.2993	1.2005
	试样溶液量取量	(mL):	20.00	20.00
	试样消耗硝酸汞标准滴定溶液体积	V2(mL):	24.50	22.65
	空白消耗硝酸汞标准滴定溶液体积	V3(mL):	0.05	0.05
	硝酸汞标准滴定溶液浓度 C(mol/L):	0.0509	五氯化磷的摩尔质量M(g/mol):208.22	
	三氯化磷换算成五氯化磷的系数: 1.516		三氯化磷的含量: 0.02	
	五氯化磷的质量分数计算公式:		$\omega = \frac{[(V_2 - V_3) / 1000] c(M/5)}{m \times (20 / 500)} \times 100 \times 1.516$	
	计算值%:		99.70	99.73
	平均值%:		99.72	
结果判定	指标要求：五氯化磷含量≥99.5%，允许差：≤0.2% 平行测定结果绝对差值：0.03%（符合标准规定的允许差≤0.2%）			

检验人：朱时敏 张小群

复核人：杨凡

备注	五氯化磷含量：99.7%								
	硝酸汞标准滴定溶液浓度见标准溶液配制和标定原始记录。								
标准滴定溶液配制和标定原始记录									
一、标准滴定溶液配制记录									
标准滴定溶液名称	硝酸汞	标准滴定溶液浓度	0.05mol/L	标准滴定溶液体积	12L				
标定试剂配制量	/	基准物名称	氯化钠	基准物烘焙温度	600℃				
基准物烘焙时间	180min	配制日期	2025.03.10	配制人	张小静				
二、标准滴定溶液标定记录									
天平编号	2302214156	滴定管编号	080237		被标定溶液温度	23.0℃			
室温	24℃	湿度	52%		天气	晴			
标定日期	2025.04.15	标准溶液有效期	2025.06.14		执行标准	HG/T 4108-2022			
标	标定人				复标人				
	1	2	3	4	5	6	7	8	
基准物称量数(g)	2.0968	2.9050	2.9046	2.9027	2.9069	2.9026	2.9028	2.9047	
基准物配制溶液移取数(mL)	25.00	25.00	25.00	25.00	25.00	25.00	25.00	25.00	
基准试剂消耗标准滴定溶液滴定数(mL)	24.35	24.48	24.50	24.45	24.35	24.43	24.45	24.49	
空白消耗标准滴定溶液滴定数(mL)	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	
滴定管校正值(mL)	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	
标准滴定溶液温度校正值(mL)	-0.01	-0.01	-0.01	-0.01	-0.01	-0.01	-0.01	-0.01	
基准试剂消耗标准滴定溶液实际滴定数(mL)	24.34	24.47	24.49	24.44	24.34	24.42	24.44	24.48	
计算公式	$C[1/2Hg(NO_3)_2] = \frac{m \times 25}{(V_1 - V_2) \times 58.442}$								
计算结果(mol/L)	0.05110	0.05080	0.05076	0.05090	0.05110	0.05086	0.05083	0.05078	
单人四平行平均值(mol/L)	0.05089				0.05089				
双人八平行平均值(mol/L)	0.05089								
标准滴定溶液最终浓度(mol/L)	0.0509								

检验人：

复核人：

	说明： 因硝酸汞标准滴定溶液已用完，重新配制硝酸汞标准滴定溶液约 12L。
--	--

三、检测项目名称：三氯化磷含量

检测依据	HG/T 4108-2022																						
仪器设备	仪器名称	电子天平		电子滴定器																			
	仪器型号	PTX-FA210		DLAB																			
	仪器编号	2302214156		YB222BB0000169																			
试验环境	温度 22℃	相对湿度 55%																					
试验过程	<p>1、试样溶液的制备： 迅速称取约 1g 试样，置于已知质量的干燥称量瓶中，立即盖严，称量（精确到 0.0001g）。</p> <p>将装有试样的称量瓶放入盛有 300mL 蒸馏水的水解瓶中，将水解瓶盖紧，水封，轻轻摇动。待称量瓶的盖打开，水流进称量瓶，将水解瓶放入 (20±1)℃ 的水中冷却，并间断轻轻摇动水解瓶，水解 1h±5min。样品全部水解后，将溶液全部移入 500mL 容量瓶中，静置至室温，用水稀释至刻度，摇匀。</p> <p>2、测定 吸取 50.00mL 试样溶液于事先盛有 25mL 水的 250mL 碘量瓶中，加入 5.00mL 碘标准溶液，迅速加入 5mL 硼酸铵溶液，在暗处放置 15min，加入 10mL 盐酸溶液，用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定过量的碘，近终点时加入 5~6 滴淀粉指示剂，继续滴定至终点。</p> <p>空白试验与试样溶液测定同时进行，其测定步骤和所用试剂用量均与测定试样溶液时相同，只是用 5mL 盐酸溶液和 45mL 水代替试样溶液。</p>																						
试验结果记录及计算	记录项目		1	2																			
	试样质量	m1 (g):	1.2993	1.2005																			
	试样溶液量取量	(mL):	50.00	50.00																			
	空白消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积	V ₀ (mL):	25.58	25.58																			
	试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积	V1 (mL):	25.56	25.56																			
	硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度 C (mol/L):	0.02																					
	与 1.00mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [c(Na ₂ SO ₃)=1.000mol/L] 相当以克表示的三氯化磷的质量: 0.06867																						
	三氯化磷含量计算公式:		$\omega_{1\%} = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times 0.06867}{m_1 \times (50/500)} \times 100 = \frac{68.67(V_0 - V_1)c}{m_1}$																				
	计算值%:		0.021		0.023																		
	平均值%:		0.02																				
指标要求: 三氯化磷含量 ≤ 0.05%, 允许差: ≤ 0.05%																							
结果判定	平行测定结果绝对差值: 0.002% (符合标准规定的允许差 ≤ 0.05%) 三氯化磷含量: 0.02%																						
备注	硫代硫酸钠标准滴定溶液由 C=0.1048mol/L 标准滴定溶液稀释 5 倍后使用，见标准溶液配制和标定原始记录。																						
<h2>标准滴定溶液配制和标定原始记录</h2> <h3>一、标准滴定溶液配制记录</h3> <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td>标准滴定溶液名称</td> <td>硫代硫酸钠</td> <td>标准滴定溶液浓度</td> <td>0.1mol/L</td> <td>标准滴定溶液体积</td> <td>10.50L</td> </tr> <tr> <td>标定试剂配制量</td> <td>硫代硫酸钠 273.00g 碳酸钠: 2.10g</td> <td>基准物名称</td> <td>重铬酸钾</td> <td>基准物烘焙温度</td> <td>120℃</td> </tr> <tr> <td>基准物烘焙时间</td> <td>3 小时</td> <td>配制日期</td> <td>2025.01.15</td> <td>配制人</td> <td>朱时敏</td> </tr> </table>						标准滴定溶液名称	硫代硫酸钠	标准滴定溶液浓度	0.1mol/L	标准滴定溶液体积	10.50L	标定试剂配制量	硫代硫酸钠 273.00g 碳酸钠: 2.10g	基准物名称	重铬酸钾	基准物烘焙温度	120℃	基准物烘焙时间	3 小时	配制日期	2025.01.15	配制人	朱时敏
标准滴定溶液名称	硫代硫酸钠	标准滴定溶液浓度	0.1mol/L	标准滴定溶液体积	10.50L																		
标定试剂配制量	硫代硫酸钠 273.00g 碳酸钠: 2.10g	基准物名称	重铬酸钾	基准物烘焙温度	120℃																		
基准物烘焙时间	3 小时	配制日期	2025.01.15	配制人	朱时敏																		

检验人: 朱时敏 张小静

复核人: 蒋凡

二、标准滴定溶液标定记录

天平编号	2302214156	滴定管编号	080238	被标定溶液温度	16.0℃				
室温	23℃	湿度	50%	天气	晴				
标定日期	2025.02.27	标准溶液有效期	2025.04.26	执行标准	GB/T 601-2016				
项目	标定次数	标定人				复标人			
		1	2	3	4	5	6	7	8
基准物称量数(g)	0.1805	0.1800	0.1816	0.1808	0.1806	0.1804	0.1806	0.1801	
基准物配制溶液移取数(mL)	/	/	/	/	/	/	/	/	
基准试剂消耗标准滴定溶液滴定数(mL)	35.18	35.05	35.31	35.20	35.18	35.15	35.18	35.06	
空白消耗标准滴定溶液滴定数(mL)	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	
滴定管校正值(mL)	-0.03	-0.03	-0.03	-0.03	-0.03	-0.03	-0.03	-0.03	
标准滴定溶液温度校正值(mL)	+0.02	+0.02	+0.02	+0.02	+0.02	+0.02	+0.02	+0.02	
基准试剂消耗标准滴定溶液实际滴定数(mL)	35.17	35.04	35.30	35.19	35.17	35.14	35.17	35.05	
计算公式	$C(Na_2S_2O_3) = \frac{m \times 1000}{(V_1 - V_2) \times 49.031}$								
计算结果 (mol/L)	0.10470	0.10480	0.10492	0.10484	0.10476	0.10485	0.10476	0.10480	
单人四平行平均值 (mol/L)	0.10479				0.10479				
双人八平行平均值 (mol/L)	0.10479								
标准滴定溶液最终浓度 (mol/L)	0.1048								
说明:	因硫代硫酸钠标准滴定溶液已到有效期,重新标定剩余溶液和新配溶液。								

四、检测项目名称: 灼烧残渣

检测依据			
仪器设备	仪器名称	电子天平	箱式电阻炉
	仪器型号	PTX-FA210	YTH-4-10
	仪器编号	2302214156	802619
试验环境	温度 22℃	相对湿度 55%	

检验人: 张小平 张小静

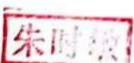
复核人: 张凡

试验过程	迅速称取约2g试样（精确到0.0001g），置于在(650±50)℃下恒重并已称量（精确到0.0001g）的陶瓷坩埚或石英坩埚中，在通风条件下置于调温电炉上低温灼烧分解试样，直至无白烟冒出，放入600~700℃的箱式电阻炉中灼烧至恒定。				
试验结果记录及计算	记录项目	1	2	3	4
	试样质量 m2(g):	2.1145	2.0008	2.2017	2.2531
	空坩埚或空皿质量 m3(g):	41.4726	41.3945	43.6360	41.5468
	残渣和空坩埚或残渣和空皿质量m4(g):	41.4728	41.3947	43.6362	41.5470
	灼烧残渣计算公式:	$\omega = \frac{m_4 - m_3}{m_2} \times 100$			
	计算值%:	0.009	0.010	0.009	0.009
	平均值%:	0.010		0.009	
	0.010				
	指标要求:灼烧残渣≤0.05%,绝对差值≤0.003%				
结果判定	平行测定结果绝对差值: 0.001% (符合标准规定的绝对差值≤0.003%)				
	灼烧残渣: 0.01%				
备注	/				

五、检测项目名称: 元素含量

检测依据					
仪器设备	仪器名称	电子天平	电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES)		
	仪器型号	PTX-FA210	Avio 200		
	仪器编号	2302214156	079C22060809		
试验环境	温度 20℃ 相对湿度 50%				
试验过程	<p>1、试样溶液的制备 用分析天平在已知质量的聚四氟乙烯烧杯中迅速称取约2g试样，精确到0.0001g，用已知质量的表面皿盖好，从分析天平中取出后，少量多次加入0℃电子级水，轻轻摇动，直至试样完全水解，将溶液全部移入100mL容量瓶中，静置至室温，用电子级水稀释至刻度，摇匀。</p> <p>2、混合作曲线的绘制 用刻度移液管吸取混合标准工作液0.0mL、1.0mL、2.0mL、3.0mL、4.0mL、5.0mL分别置于50mL容量瓶中，用5%的硝酸溶液定容至刻度，摇匀。此标准溶液系列对应的各元素浓度分别为0.0mg/L、0.2mg/L、0.4mg/L、0.6mg/L、0.8mg/L、1.0mg/L。 测定前根据待测元素性质和仪器性能，进行氩气流量、观测方式、射频发生器功率、冲洗时间和样品流量等测量条件优化，并按照附录A调整待测元素波长，用等离子体发射光谱仪在特征波长处测定校准空白和各标准溶液的辐射强度。以各标准溶液的质量浓度(mg/L)为横坐标，相应的发射光谱强度为纵坐标，绘制工作曲线或得出回归方程。 标准曲线的线性相关系数不得低于0.99。若测定结果超出线性范围，应该将测试液重新配制，重测。</p> <p>3、测定 同样待测元素波长和仪器条件下，测定试样中各元素的发射光谱强度，在标准曲线上查出试样溶液中待测元素的质量浓度，再计算试样中待测元素的含量。</p>				
	氩气流速	样品流量	观测距离	检测方法	试样前处理方法
	12L/min	1.50mL/s	15.0mm	标准加入法	水溶解

检验人:

复核人:



仪器参数及操作条件	待测元素	铝 (Al)	砷 (As)	硼 (B)	钡 (Ba)	钙 (Ca)	镉 (Cd)
	波长nm	396.153	193.696	249.677	455.403	317.933	228.802
	待测元素	铬 (Cr)	铜 (Cu)	铁 (Fe)	钾 (k)	镁 (Mg)	锰 (Mn)
	波长nm	205.560	327.393	239.562	766.490	285.213	249.677
	待测元素	钠 (Na)	镍 (Ni)	铅 (Pb)	锡 (Sn)	锌 (Zn)	/
	波长nm	589.592	232.003	283.306	189.927	213.857	/
试验过程记录及计算结果	以下为混合曲线绘制试验过程中校准空白和各标准溶液在对应质量浓度 (mg/L) 下的辐射强度:						
	1、质量浓度为 0.0mg/L						
	平均值数据: 校准空白 1						
	分析物	平均值已校正 强度	标准偏差	RSD	浓度	校准 单位	
	Fe 239.562	361.0			[0.00]	ng/L	
	As 193.696	104.1			[0.00]	ng/L	
	Cr 205.560	-78.5			[0.00]	ng/L	
	Cd 228.802	1250.8			[0.00]	ng/L	
	Ni 232.003	-363.1			[0.00]	ng/L	
	Mg 285.213	6543.9			[0.00]	ng/L	
Ca 317.933	11922.8			[0.00]	ng/L		
Cu 327.393	-222.3			[0.00]	ng/L		
Al 396.153	508.1			[0.00]	ng/L		
Na 589.592	8708.8			[0.00]	ng/L		
K 766.490	1957.4			[0.00]	ng/L		
Pb 283.306	281.5			[0.00]	ng/L		
Zn 213.857	2356.6			[0.00]	ng/L		
Sn 189.927	34.6			[0.00]	ng/L		
Mn 257.610	3780.9			[0.00]	ng/L		
B 249.677	1229.8			[0.00]	ng/L		
Ba 455.403	48458.1			[0.00]	ng/L		
2、质量浓度为 0.2mg/L							
平均值数据: 0.2							
分析物	平均值已校正 强度	标准偏差	RSD	浓度	校准 单位		
Fe 239.562	26768.3			[0.2]	ng/L		
As 193.696	286.9			[0.2]	ng/L		
Cr 205.560	3900.6			[0.2]	ng/L		
Cd 228.802	27702.4			[0.2]	ng/L		
Ni 232.003	5070.8			[0.2]	ng/L		
Mg 285.213	69892.6			[0.2]	ng/L		
Ca 317.933	44258.2			[0.2]	ng/L		
Cu 327.393	39158.3			[0.2]	ng/L		
Al 396.153	42222.1			[0.2]	ng/L		
Na 589.592	197562.4			[0.2]	ng/L		
K 766.490	70213.8			[0.2]	ng/L		
Pb 283.306	1811.8			[0.2]	ng/L		
Zn 213.857	21383.4			[0.2]	ng/L		
Sn 189.927	340.7			[0.2]	ng/L		
Mn 257.610	324792.7			[0.2]	ng/L		
B 249.677	24256.3			[0.2]	ng/L		
Ba 455.403	3055295.4			[0.2]	ng/L		
3、质量浓度为 0.4mg/L							

检验人: 张小平

复核人: 高凡

平均值数据: 0.4					
分析物	平均值已校正 强度	标准偏差	RSD	浓度	校准 单位
Fe	239.562	63641.4		(0.4)	mg/L
As	193.696	660.0		(0.4)	mg/L
Cr	205.560	7874.4		(0.4)	mg/L
Cd	228.802	55365.6		(0.4)	mg/L
Ni	232.003	9061.5		(0.4)	mg/L
Mg	285.213	103517.6		(0.4)	mg/L
Ca	317.933	03679.2		(0.4)	mg/L
Cu	327.393	70727.5		(0.4)	mg/L
Al	396.153	04063.2		(0.4)	mg/L
Na	589.592	410607.9		(0.4)	mg/L
K	766.490	146010.0		(0.4)	mg/L
Pb	283.306	3160.0		(0.4)	mg/L
Zn	213.857	42377.3		(0.4)	mg/L
Sn	189.927	602.0		(0.4)	mg/L
Mn	257.610	639010.9		(0.4)	mg/L
B	249.677	49811.9		(0.4)	mg/L
Ba	455.403	6042690.3		(0.4)	mg/L

4、质量浓度为 0.6mg/L

平均值数据: 0.6					
分析物	平均值已校正 强度	标准偏差	RSD	浓度	校准 单位
Fe	239.562	80469.4		(0.6)	mg/L
As	193.696	917.2		(0.6)	mg/L
Cr	205.560	11920.9		(0.6)	mg/L
Cd	228.802	82392.5		(0.6)	mg/L
Ni	232.003	14852.9		(0.6)	mg/L
Mg	285.213	272356.2		(0.6)	mg/L
Ca	317.933	129896.5		(0.6)	mg/L
Cu	327.393	116483.3		(0.6)	mg/L
Al	396.153	128293.4		(0.6)	mg/L
Na	589.592	667308.1		(0.6)	mg/L
K	766.490	235860.4		(0.6)	mg/L
Pb	283.306	5151.6		(0.6)	mg/L
Zn	213.857	65383.1		(0.6)	mg/L
Sn	189.927	1030.3		(0.6)	mg/L
Mn	257.610	957057.3		(0.6)	mg/L
B	249.677	74466.3		(0.6)	mg/L
Ba	455.403	9176700.1		(0.6)	mg/L

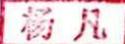
5、质量浓度为 0.8mg/L

平均值数据: 0.8					
分析物	平均值已校正 强度	标准偏差	RSD	浓度	校准 单位
Fe	239.562	106544.5		(0.8)	mg/L
As	193.696	1161.0		(0.8)	mg/L
Cr	205.560	15669.7		(0.8)	mg/L
Cd	228.802	111636.0		(0.8)	mg/L
Ni	232.003	19724.6		(0.8)	mg/L
Mg	285.213	363388.3		(0.8)	mg/L
Ca	317.933	171096.4		(0.8)	mg/L
Cu	327.393	155197.0		(0.8)	mg/L
Al	396.153	172081.7		(0.8)	mg/L
Na	589.592	870897.6		(0.8)	mg/L
K	766.490	323591.4		(0.8)	mg/L
Pb	283.306	6818.9		(0.8)	mg/L
Zn	213.857	86012.1		(0.8)	mg/L
Sn	189.927	1364.3		(0.8)	mg/L
Mn	257.610	1271481.7		(0.8)	mg/L
B	249.677	100566.6		(0.8)	mg/L
Ba	455.403	12261444.7		(0.8)	mg/L

6、质量浓度为 1.0mg/L

试验过
程记录
及计算

检验人:  

复核人: 

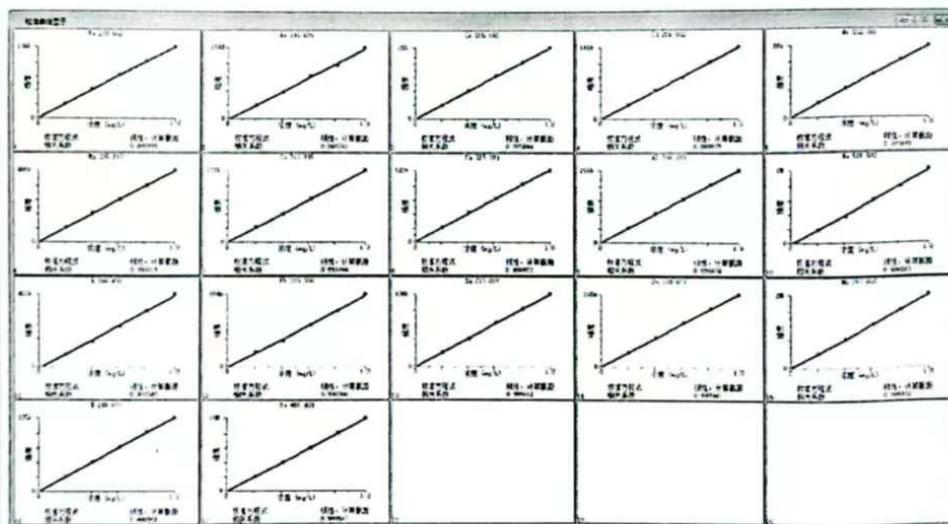
结果

分析物	平均值已校正 强度	标准偏差	RSD	浓度	标准 单位
Fe 239.562	133510.2			(1.0)	mg/L
As 193.696	1640.1			(1.0)	mg/L
Cr 205.560	19035.7			(1.0)	mg/L
Cd 228.802	140981.2			(1.0)	mg/L
Ni 232.003	24761.0			(1.0)	mg/L
Mg 285.213	464956.9			(1.0)	mg/L
Ca 317.933	217519.1			(1.0)	mg/L
Cu 327.393	191673.7			(1.0)	mg/L
Al 396.153	215533.1			(1.0)	mg/L
Na 589.592	1132086.9			(1.0)	mg/L
K 766.490	421642.0			(1.0)	mg/L
Pb 283.306	8946.3			(1.0)	mg/L
Zn 213.857	108727.1			(1.0)	mg/L
Sn 189.927	1600.3			(1.0)	mg/L
Mn 257.610	1611145.9			(1.0)	mg/L
B 249.677	124906.1			(1.0)	mg/L
Ba 455.403	16587775.9			(1.0)	mg/L

以各标准溶液的质量浓度 (mg/L) 为横坐标, 相应的发射光谱强度为纵坐标, 绘制工作曲线或得出回归方程数据如下:

校准摘要

分析物	标样	方程式	截距	斜率	曲线	相关系数	重置斜率
Fe 239.562	5	$y = 133400x - 127.4$	127.4	133400	0.00000	0.999991	
As 193.696	5	$y = 1524x - 16.6$	-16.6	1524	0.00000	0.998761	
Cr 205.560	5	$y = 19790x - 28.3$	-28.3	19790	0.00000	0.999944	
Cd 228.802	5	$y = 140500x - 587.1$	-587.1	140500	0.00000	0.999879	
Ni 232.003	5	$y = 24680x + 38.5$	38.5	24680	0.00000	0.999978	
Mg 285.213	5	$y = 462000x - 1989.3$	-1989.3	462000	0.00000	0.999815	
Ca 317.933	5	$y = 216300x - 424.7$	-424.7	216300	0.00000	0.999796	
Cu 327.393	5	$y = 192000x + 656.1$	656.1	192000	0.00000	0.999922	
Al 396.153	5	$y = 215800x - 739.7$	-739.7	215800	0.00000	0.999976	
Na 589.592	5	$y = 1134000x - 20528.1$	-20528.1	1134000	0.00000	0.999083	
K 766.490	5	$y = 422500x - 11554.4$	-11554.4	422500	0.00000	0.998349	
Pb 283.306	5	$y = 8821x - 96.0$	-96.0	8821	0.00000	0.998386	
Zn 213.857	5	$y = 108600x - 342.9$	-342.9	108600	0.00000	0.999912	
Sn 189.927	5	$y = 1694x + 3.8$	3.8	1694	0.00000	0.999941	
Mn 257.610	5	$y = 1602000x - 407.4$	-407.4	1602000	0.00000	0.999937	
B 249.677	5	$y = 125400x - 388.0$	-388.0	125400	0.00000	0.999959	
Ba 455.403	5	$y = 1553000x - 76347.3$	-76347.3	1553000	0.00000	0.999867	

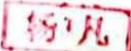


检验人: 张小静

复核人: 杨凡

试验过程记录及计算结果	<p>计算公式</p> $\omega_2 = \frac{C_P \times V \times 10^{-3}}{m_s} \times 10^3 = \frac{C_P \times V}{m_s}$ <p>C_P——由工作曲线上查得的所取试样溶液中待测元素浓度，单位为毫克每升（mg/L）； V——制备试样溶液定容体积，单位为毫升（mL）； m_s——试样质量，单位为（g）。</p>																																																																																																																																																																																																																																		
	<table border="1"> <thead> <tr> <th>元素名称</th> <th>试样质量 m_s(g)</th> <th>试样质量 m_1(g)</th> <th>定容体积 V(mL)</th> <th>光谱强度 P_1(mg/L)</th> <th>光谱强度 P_2(mg/L)</th> <th>元素含量 ω_1(mg/kg)</th> <th>元素含量 ω_2(mg/kg)</th> <th>测定结果平均值 (mg/kg)</th> <th>检测结果</th> <th>相对偏差%</th> <th>相对标准偏差%</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>铝 Al</td><td>2.0118</td><td>2.1359</td><td>100</td><td>-952.431</td><td>-905.634</td><td>-0.049</td><td>-0.036</td><td>-0.042</td><td>--</td><td>/</td><td>/</td></tr> <tr><td>砷 As</td><td>2.0118</td><td>2.1359</td><td>100</td><td>31.260</td><td>22.754</td><td>1.561</td><td>1.209</td><td>1.385</td><td>1.385</td><td>12.71%</td><td>18.28%</td></tr> <tr><td>硼 B</td><td>2.0118</td><td>2.1359</td><td>100</td><td>-14080.898</td><td>-14168.820</td><td>-5.428</td><td>-5.145</td><td>-5.286</td><td>--</td><td>/</td><td>/</td></tr> <tr><td>钡 Ba</td><td>2.0118</td><td>2.1359</td><td>100</td><td>-72421.355</td><td>-73693.658</td><td>0.013</td><td>0.008</td><td>0.010</td><td>--</td><td>/</td><td>/</td></tr> <tr><td>钙 Ca</td><td>2.0118</td><td>2.1359</td><td>100</td><td>4897.728</td><td>6486.128</td><td>1.223</td><td>1.496</td><td>1.360</td><td>1.360</td><td>10.07%</td><td>14.19%</td></tr> <tr><td>镉 Cd</td><td>2.0118</td><td>2.1359</td><td>100</td><td>-1162.386</td><td>-1129.490</td><td>-0.204</td><td>-0.181</td><td>-0.192</td><td>--</td><td>/</td><td>/</td></tr> <tr><td>铬 Cr</td><td>2.0118</td><td>2.1359</td><td>100</td><td>155.555</td><td>228.698</td><td>0.462</td><td>0.608</td><td>0.535</td><td>0.535</td><td>13.64%</td><td>19.30%</td></tr> <tr><td>铜 Cu</td><td>2.0118</td><td>2.1359</td><td>100</td><td>-180.343</td><td>11.887</td><td>-0.268</td><td>-0.206</td><td>-0.237</td><td>--</td><td>/</td><td>/</td></tr> <tr><td>铁 Fe</td><td>2.0118</td><td>2.1359</td><td>100</td><td>4034.448</td><td>3669.068</td><td>1.456</td><td>1.243</td><td>1.350</td><td>1.350</td><td>7.92%</td><td>11.16%</td></tr> <tr><td>钾 K</td><td>2.0118</td><td>2.1359</td><td>100</td><td>-10414.897</td><td>-1609.756</td><td>0.134</td><td>0.102</td><td>0.118</td><td>0.118</td><td>13.56%</td><td>19.17%</td></tr> <tr><td>镁 Mg</td><td>2.0118</td><td>2.1359</td><td>100</td><td>-1566.526</td><td>-1673.529</td><td>0.045</td><td>0.032</td><td>0.038</td><td>0.038</td><td>18.42%</td><td>24.19%</td></tr> <tr><td>锰 Mn</td><td>2.0118</td><td>2.1359</td><td>100</td><td>-3662.533</td><td>-3418.506</td><td>-0.101</td><td>-0.088</td><td>-0.094</td><td>--</td><td>/</td><td>/</td></tr> <tr><td>钠 Na</td><td>2.0118</td><td>2.1359</td><td>100</td><td>6105.182</td><td>14739.874</td><td>1.167</td><td>1.456</td><td>1.312</td><td>1.312</td><td>11.05%</td><td>15.58%</td></tr> <tr><td>镍 Ni</td><td>2.0118</td><td>2.1359</td><td>100</td><td>251.260</td><td>333.171</td><td>0.429</td><td>0.559</td><td>0.494</td><td>0.494</td><td>13.16%</td><td>18.61%</td></tr> <tr><td>铅 Pb</td><td>2.0118</td><td>2.1359</td><td>100</td><td>-24.370</td><td>-24.593</td><td>0.404</td><td>0.379</td><td>0.392</td><td>0.392</td><td>3.06%</td><td>4.51%</td></tr> <tr><td>锡 Sn</td><td>2.0118</td><td>2.1359</td><td>100</td><td>-53.786</td><td>-49.174</td><td>-1.690</td><td>-1.464</td><td>-1.577</td><td>--</td><td>/</td><td>/</td></tr> <tr><td>锌 Zn</td><td>2.0118</td><td>2.1359</td><td>100</td><td>-811.678</td><td>-906.560</td><td>-0.215</td><td>-0.243</td><td>-0.229</td><td>--</td><td>/</td><td>/</td></tr> </tbody> </table>												元素名称	试样质量 m_s (g)	试样质量 m_1 (g)	定容体积 V (mL)	光谱强度 P_1 (mg/L)	光谱强度 P_2 (mg/L)	元素含量 ω_1 (mg/kg)	元素含量 ω_2 (mg/kg)	测定结果平均值 (mg/kg)	检测结果	相对偏差%	相对标准偏差%	铝 Al	2.0118	2.1359	100	-952.431	-905.634	-0.049	-0.036	-0.042	--	/	/	砷 As	2.0118	2.1359	100	31.260	22.754	1.561	1.209	1.385	1.385	12.71%	18.28%	硼 B	2.0118	2.1359	100	-14080.898	-14168.820	-5.428	-5.145	-5.286	--	/	/	钡 Ba	2.0118	2.1359	100	-72421.355	-73693.658	0.013	0.008	0.010	--	/	/	钙 Ca	2.0118	2.1359	100	4897.728	6486.128	1.223	1.496	1.360	1.360	10.07%	14.19%	镉 Cd	2.0118	2.1359	100	-1162.386	-1129.490	-0.204	-0.181	-0.192	--	/	/	铬 Cr	2.0118	2.1359	100	155.555	228.698	0.462	0.608	0.535	0.535	13.64%	19.30%	铜 Cu	2.0118	2.1359	100	-180.343	11.887	-0.268	-0.206	-0.237	--	/	/	铁 Fe	2.0118	2.1359	100	4034.448	3669.068	1.456	1.243	1.350	1.350	7.92%	11.16%	钾 K	2.0118	2.1359	100	-10414.897	-1609.756	0.134	0.102	0.118	0.118	13.56%	19.17%	镁 Mg	2.0118	2.1359	100	-1566.526	-1673.529	0.045	0.032	0.038	0.038	18.42%	24.19%	锰 Mn	2.0118	2.1359	100	-3662.533	-3418.506	-0.101	-0.088	-0.094	--	/	/	钠 Na	2.0118	2.1359	100	6105.182	14739.874	1.167	1.456	1.312	1.312	11.05%	15.58%	镍 Ni	2.0118	2.1359	100	251.260	333.171	0.429	0.559	0.494	0.494	13.16%	18.61%	铅 Pb	2.0118	2.1359	100	-24.370	-24.593	0.404	0.379	0.392	0.392	3.06%	4.51%	锡 Sn	2.0118	2.1359	100	-53.786	-49.174	-1.690	-1.464	-1.577	--	/	/	锌 Zn	2.0118	2.1359	100	-811.678	-906.560	-0.215	-0.243	-0.229	--	/
元素名称	试样质量 m_s (g)	试样质量 m_1 (g)	定容体积 V (mL)	光谱强度 P_1 (mg/L)	光谱强度 P_2 (mg/L)	元素含量 ω_1 (mg/kg)	元素含量 ω_2 (mg/kg)	测定结果平均值 (mg/kg)	检测结果	相对偏差%	相对标准偏差%																																																																																																																																																																																																																								
铝 Al	2.0118	2.1359	100	-952.431	-905.634	-0.049	-0.036	-0.042	--	/	/																																																																																																																																																																																																																								
砷 As	2.0118	2.1359	100	31.260	22.754	1.561	1.209	1.385	1.385	12.71%	18.28%																																																																																																																																																																																																																								
硼 B	2.0118	2.1359	100	-14080.898	-14168.820	-5.428	-5.145	-5.286	--	/	/																																																																																																																																																																																																																								
钡 Ba	2.0118	2.1359	100	-72421.355	-73693.658	0.013	0.008	0.010	--	/	/																																																																																																																																																																																																																								
钙 Ca	2.0118	2.1359	100	4897.728	6486.128	1.223	1.496	1.360	1.360	10.07%	14.19%																																																																																																																																																																																																																								
镉 Cd	2.0118	2.1359	100	-1162.386	-1129.490	-0.204	-0.181	-0.192	--	/	/																																																																																																																																																																																																																								
铬 Cr	2.0118	2.1359	100	155.555	228.698	0.462	0.608	0.535	0.535	13.64%	19.30%																																																																																																																																																																																																																								
铜 Cu	2.0118	2.1359	100	-180.343	11.887	-0.268	-0.206	-0.237	--	/	/																																																																																																																																																																																																																								
铁 Fe	2.0118	2.1359	100	4034.448	3669.068	1.456	1.243	1.350	1.350	7.92%	11.16%																																																																																																																																																																																																																								
钾 K	2.0118	2.1359	100	-10414.897	-1609.756	0.134	0.102	0.118	0.118	13.56%	19.17%																																																																																																																																																																																																																								
镁 Mg	2.0118	2.1359	100	-1566.526	-1673.529	0.045	0.032	0.038	0.038	18.42%	24.19%																																																																																																																																																																																																																								
锰 Mn	2.0118	2.1359	100	-3662.533	-3418.506	-0.101	-0.088	-0.094	--	/	/																																																																																																																																																																																																																								
钠 Na	2.0118	2.1359	100	6105.182	14739.874	1.167	1.456	1.312	1.312	11.05%	15.58%																																																																																																																																																																																																																								
镍 Ni	2.0118	2.1359	100	251.260	333.171	0.429	0.559	0.494	0.494	13.16%	18.61%																																																																																																																																																																																																																								
铅 Pb	2.0118	2.1359	100	-24.370	-24.593	0.404	0.379	0.392	0.392	3.06%	4.51%																																																																																																																																																																																																																								
锡 Sn	2.0118	2.1359	100	-53.786	-49.174	-1.690	-1.464	-1.577	--	/	/																																																																																																																																																																																																																								
锌 Zn	2.0118	2.1359	100	-811.678	-906.560	-0.215	-0.243	-0.229	--	/	/																																																																																																																																																																																																																								
结果判定	两次平行测定结果的绝对差值与算术平均值之比不大于30%。																																																																																																																																																																																																																																		
备注	检测结果中“--”表示未检出或检测值低于方法检出限，方法检出限为0.01mg/kg																																																																																																																																																																																																																																		

检验人: 

复核人: 

1、精密度检测

测定方法：绘制成功曲线后，用标准溶液配置 4 个样品，分别为曲线量程的 25%、50%、75%、100%的已知浓度标准样品，按照样品的分析方法进行检测，重复 6 次，计算结果如下：

样品浓度	测定结果						平均值	S.D	RSD
	1	2	3	4	5	6			
1# (0.250mg/L)	0.209mg/L	0.257mg/L	0.199mg/L	0.262mg/L	0.288mg/L	0.236mg/L	0.242mg/L	0.0338	13.98%
2# (0.500mg/L)	0.492mg/L	0.523mg/L	0.579mg/L	0.622mg/L	0.557mg/L	0.584mg/L	0.560mg/L	0.0464	8.30%
3# (0.750mg/L)	0.824mg/L	0.758mg/L	0.781mg/L	0.791mg/L	0.730mg/L	0.608mg/L	0.749mg/L	0.0758	10.13%
4# (1.000mg/L)	1.115mg/L	1.095mg/L	0.898mg/L	1.127mg/L	1.036mg/L	1.200mg/L	1.079mg/L	0.1031	9.56%

2、准确度测定（回收率）

测定方法：绘制成功曲线后，用标准溶液配置 4 个样品，分别为曲线量程的 25%、50%、75%、100%的已知浓度标准样品，按照样品的分析方法进行检测，重复 3 次，算出平均值，计算结果如下：

标准样品浓度	测定结果				标准值	回收率
	1	2	3	平均值		
1# (25%)	0.209mg/L	0.257mg/L	0.199mg/L	0.222mg/L	0.250mg/L	88.8%
2# (50%)	0.492mg/L	0.523mg/L	0.579mg/L	0.531mg/L	0.500mg/L	106.2%
3# (75%)	0.824mg/L	0.758mg/L	0.781mg/L	0.724mg/L	0.750mg/L	96.53%
4# (100%)	1.115mg/L	1.095mg/L	0.898mg/L	1.016mg/L	1.000mg/L	110.6%