

目 录

	页
序言.....	1
1 适用范围.....	1
2 引用标准.....	1
3 一般事项.....	2
4 要点.....	2
5 试剂.....	2
6 ICP 发光光谱分析装置.....	5
6.1 性能基准.....	5
6.2 短时间稳定性.....	5
6.3 性能基准的调查频次.....	5
7 试样称取量.....	5
8 操作.....	5
8.1 试样溶液的调制.....	5
8.2 发光强度的测定.....	6
9 空试验.....	6
10 共存成分的光谱重叠系数.....	7
11 检量线的制出.....	7
11.1 检量线的制出方法.....	7
11.2 用铁一定量成分二元系的检量线用溶液制出检量线.....	7
11.3 用多成分系检量线用溶液制出检量线.....	8
12 检量线的校正.....	11
13 计算.....	11
14 容许差.....	11

前 言

本标准是以工业标准化法第 12 条第 1 项规定为基础，由社团法人日本钢铁联盟（JISF）筹划工业标准原稿，并提出应制定日本工业标准的建议，经日本工业标准调查会的审议，由经济产业大臣制定而成的。

因此，废止了 JIS G 1258:2005,并将其中一部分内容分离出来替换为本标准。

此标准受著作权法保护。

应引起注意的是，本标准的一部分内容可能会出现与专利权，申请公开后的专利申请、实用新案权，或申请公开后的实用新案登录申请有抵触的情况。经济产业大臣及日本工业标准调查会，不对诸如专利权，申请公开后的专利申请，实用新案权，或申请公开后的实用新案登录申请等方面的确认负任何责任。

JIS G 1258 系列标准如下所示。

JIS G 1258-0 第 0 部：一般事项

JIS G 1258-1 第 1 部：硅、锰、磷、镍、铬、钼、铜、钒、钴、钛及铝定量方法—
酸分解・二硫酸钾熔化法

JIS G 1258-2 第 2 部：锰、镍、铬、钼、铜、钨、钒、钴、钛及铌定量方法—硫酸
磷酸分解法

JIS G 1258-3 第 3 部：硅、锰、磷、镍、铬、钼、铜、钒、钴、钛及铝定量方法—
酸分解・碳酸钠熔化法

JIS G 1258-4 第 4 部：铌定量方法—硫酸磷酸分解法或酸分解・二硫酸钾熔化法

JIS G 1258-5 第 5 部：硼定量方法—硫酸磷酸分解法

JIS G 1258-6 第 6 部：硼定量方法—酸分解・碳酸钠熔化法

JIS G 1258-7 第 7 部：硼定量方法—硼酸三甲酯蒸馏分离法

铁及钢—ICP 发光光谱分析方法—第 2 部：
锰、镍、铬、钼、铜、钨、钒、钴、钛及
铌定量方法—硫酸磷酸分解法

Iron and steel—ICP atomic emission spectrometric method—
Part 2:Determination of manganese, nickel, chromium, molybdenum, copper,
tungsten, vanadium, cobalt, titanium and niobium contents—
Dissolution in phosphoric and sulfuric acids

序言

本标准是针对 JIS G 1258:2005 的附属文件 7 的规定内容进行了部分技术更改,且为了使其与 JIS G 1258 系列标准的其它标准相吻合而制定的。

1 适用范围

本标准是针对表 1 中规定的钢所含有的 10 种成分的比率,通过 ICP 发光光谱分析法来进行定量的同时,规定硫酸磷酸分解法。此方法适用于各成分符合表 1 中规定范围的定量的钢。但是,它不适用于以上成分中有一种成分超过表 1 定量范围上限的钢。

表 1—适用成分与定量范围

适用成分	定量范围[质量比率(%)]
锰	大于 0.01 小于 20.0
镍	大于 0.01 小于 30.0
铬	大于 0.01 小于 35.0
钼	大于 0.01 小于 10.0
铜	大于 0.01 小于 5.0
钨	大于 0.10 小于 10.0
钒	大于 0.01 小于 5.0
钴	大于 0.01 小于 20.0
钛	大于 0.001 小于 3.0
铌	大于 0.01 小于 5.0

2 引用标准

下列标准由于被采用到本标准中,所以也是本标准的一部分。这些标准采用其最新版本(包括补充)。

JIS G 1258-0 铁及钢—ICP 发光光谱分析方法—第 0 部：一般事项

JIS Z 8402-6 测定方法及测定结果的精确度（纯度及精度）—第 6 部：关于精确度值实用的使用方法

3 一般事项

定量方法中共同的一般事项以 JIS G 1258-0 为准。

4 要点

在试样中加入硫酸及磷酸后，加热产生三氧化硫的白烟。加入过氧化氢、水及盐酸溶解盐类后，向溶液中添加内标准元素¹⁾ 钇。将溶液喷在 ICP 发光光谱分析装置的氩等离子体中，测定定量成分及钇分析线的发光强度，计算出各定量成分和钇的发光强度比。

注 关于测定发光强度的分析线，JIS G 1258-0 的 5.1 中记载有系列标准的共同规定。分析线的例子如表 2 所示。

注¹⁾ 内标准元素及其添加量，JIS G 1258-0 的 5.2 中记载有系列标准的共同规定。

表 2—分析线的例子 单位 nm

测定成分	分析线
锰	257.61, 293.31
镍	231.60, 341.68
铬	267.72, 276.65
钼	202.03, 281.62, 386.41
铜	324.75, 327.40
钨	207.91, 220.45
钒	292.40, 311.07
钴	228.62, 345.35
钛	334.94, 337.28
铌	309.42, 313.08, 319.50
钇	371.03

5 试剂

试剂如下所示。

注 关于试剂的标准溶液，JIS G 1258-0 的 5.3 中记载有系列标准的共同规定。

- 5.1 盐酸
- 5.2 硝酸
- 5.3 王水（盐酸 3，硝酸 1）
- 5.4 混合酸（硫酸 1，磷酸 3，水 2）
- 5.5 铁 是纯度高的铁，已知不含定量成分或者定量成分的含有率非常低。
- 5.6 过氧化氢（1+1）

- 5.7 钇溶液 (Y 1 mg/mL) 称取 1.270g 三氧化二钇 (质量比率 99.9%以上) 倒入烧杯 (200mL) 中, 加入 50mL 盐酸 (1+1), 稳定加热、分解。冷却到常温后, 用水将溶液倒入 1000 mL 的全量烧瓶中, 加水稀释到标线。
- 5.8 锰标准溶液 A (Mn 5mg/mL) 称取 5.000g 锰 (质量比率 99.9%以上) 倒入烧杯 (300mL) 中, 盖上表面皿, 分多次少量加入 100mL 硝酸 (1+1), 稳定加热、分解。冷却到常温后, 用水清洗表面皿的下方, 拿开表面皿, 用水将溶液倒入 1000mL 的全量烧瓶中, 加水稀释到标线。
- 5.9 锰标准溶液 B (Mn 500 μ g/mL) 锰标准溶液 A (5.8) 取所需要量, 用水将其稀释 10 倍得到锰标准溶液 B。此溶液于使用时进行调配。
- 5.10 锰标准溶液 C (Mn 50 μ g/mL) 锰标准溶液 A (5.8) 取所需要量, 用水将其稀释 100 倍得到锰标准溶液 C。此溶液于使用时进行调配。
- 5.11 镍标准溶液 A (Ni 25mg/mL) 称取 25.00g 镍 (质量比率 99.9%以上) 倒入烧杯 (500mL) 中, 盖上表面皿, 分多次少量加入 200mL 硝酸 (1+1), 稳定加热、分解。冷却到常温后, 用水清洗表面皿的下方, 拿开表面皿, 用水将溶液倒入 1000mL 的全量烧瓶中, 加水稀释到标线。
- 5.12 镍标准溶液 B (Ni 5mg/mL) 镍标准溶液 A (5.11) 取所需要量, 用水将其稀释 5 倍得到镍标准溶液 B。此溶液于使用时进行调配。
- 5.13 镍标准溶液 C (Ni 500 μ g/mL) 镍标准溶液 A (5.11) 取所需要量, 用水将其稀释 50 倍得到镍标准溶液 C。此溶液于使用时进行调配。
- 5.14 镍标准溶液 D (Ni 50 μ g/mL) 镍标准溶液 C (5.13) 取所需要量, 用水将其稀释 10 倍得到镍标准溶液 D。此溶液于使用时进行调配。
- 5.15 铬标准溶液 A (Cr 25mg/mL) 称取 25.00g 铬 (质量比率 99.9%以上) 倒入烧杯 (500mL) 中, 盖上表面皿, 分多次少量加入 200mL 盐酸, 稳定加热、分解。冷却到常温后, 用水清洗表面皿的下方, 拿开表面皿, 用水将溶液倒入 1000mL 的全量烧瓶中, 加水稀释到标线。
- 5.16 铬标准溶液 B (Cr 5mg/mL) 铬标准溶液 A (5.15) 取所需要量, 用水将其稀释 5 倍得到铬标准溶液 B。此溶液于使用时进行调配。
- 5.17 铬标准溶液 C (Cr 500 μ g/mL) 铬标准溶液 A (5.15) 取所需要量, 用水将其稀释 50 倍得到铬标准溶液 C。此溶液于使用时进行调配。
- 5.18 铬标准溶液 D (Cr 50 μ g/mL) 铬标准溶液 C (5.17) 取所需要量, 用水将其稀释 10 倍得到铬标准溶液 D。此溶液于使用时进行调配。
- 5.19 钼标准溶液 A (Mo 5mg/mL) 称取 5.000g 钼 (质量比率 99.9%以上) 倒入烧杯 (300mL) 中, 盖上表面皿, 分多次少量加入 120mL 王水, 稳定加热、分解。冷却到常温后, 用水清洗表面皿的下方, 拿开表面皿, 用水将溶液倒入 1000mL 的全量烧瓶中, 加水稀释到标线。
- 5.20 钼标准溶液 B (Mo 500 μ g/mL) 钼标准溶液 A (5.19) 取所需要量, 用水将其稀释 10 倍得到钼标准溶液 B。此溶液于使用时进行调配。
- 5.21 钼标准溶液 C (Mo 50 μ g/mL) 钼标准溶液 A (5.19) 取所需要量, 用水将其稀释 100 倍得到钼标准溶液 C。此溶液于使用时进行调配。
- 5.22 铜标准溶液 A (Cu 5mg/mL) 称取 5.000g 铜 (质量比率 99.9%以上) 倒入烧杯 (300mL) 中, 盖上表面皿, 分多次少量加入 100mL 硝酸 (1+1), 稳定加热、分解。冷却到常温后, 用水清洗表面皿的下方, 拿开表面皿, 用水将溶液倒入 1000mL 的全量烧瓶中, 加水稀释到标线。

- 5.23 铜标准溶液 B (Cu 500 μ g/mL) 铜标准溶液 A (5.22) 取所需要量, 用水将其稀释 10 倍得到铜标准溶液 B。此溶液于使用时进行调配。
- 5.24 铜标准溶液 C (Cu 50 μ g/mL) 铜标准溶液 A (5.22) 取所需要量, 用水将其稀释 100 倍得到铜标准溶液 C。此溶液于使用时进行调配。
- 5.25 钨标准溶液 A (W 5mg/mL) 称取 8.9712g 二水合钨酸钠倒入烧杯 (200mL) 中, 加入 100mL 水进行溶解。用水将溶液倒入 1000mL 的全量烧瓶中, 加水稀释到标线。
或称取 0.5000g 钨 (质量比率 99.9%以上) 倒入烧杯 (300mL) 中, 盖上表面皿, 加入 20mL 过氧化氢进行溶解, 并加入约 50mL 水及 10mL 过氧化氢, 加热到沸腾。冷却到常温后, 用水清洗表面皿的下方, 拿开表面皿, 用水将溶液倒入 100mL 的全量烧瓶中, 加水稀释到标线。
- 5.26 钨标准溶液 B (W 500 μ g/mL) 钨标准溶液 A (5.25) 取所需要量, 用水将其稀释 10 倍得到钨标准溶液 B。此溶液于使用时进行调配。
- 5.27 钒标准溶液 A (V 5mg/mL) 称取 5.000g 钒 (质量比率 99.9%以上) 倒入烧杯 (300mL) 中, 盖上表面皿, 分多次少量加入 100mL 王水, 稳定加热、分解。冷却到常温后, 用水清洗表面皿的下方, 拿开表面皿, 用水将溶液倒入 1000mL 的全量烧瓶中, 加水稀释到标线。
- 5.28 钒标准溶液 B (V 500 μ g/mL) 钒标准溶液 A (5.27) 取所需要量, 用水将其稀释 10 倍得到钒标准溶液 B。此溶液于使用时进行调配。
- 5.29 钒标准溶液 C (V 50 μ g/mL) 钒标准溶液 A (5.27) 取所需要量, 用水将其稀释 100 倍得到钒标准溶液 C。此溶液于使用时进行调配。
- 5.30 钴标准溶液 A (Co 5mg/mL) 称取 5.000g 钴 (质量比率 99.9%以上) 倒入烧杯 (500mL) 中, 盖上表面皿, 分多次少量加入 200mL 硝酸, 稳定加热、分解。冷却到常温后, 用水清洗表面皿的下方, 拿开表面皿, 用水将溶液倒入 1000mL 的全量烧瓶中, 加水稀释到标线。
- 5.31 钴标准溶液 B (Co 500 μ g/mL) 钴标准溶液 A (5.30) 取所需要量, 用水将其稀释 10 倍得到钴标准溶液 B。此溶液于使用时进行调配。
- 5.32 钴标准溶液 C (Co 50 μ g/mL) 钴标准溶液 A (5.30) 取所需要量, 用水将其稀释 100 倍得到钴标准溶液 C。此溶液于使用时进行调配。
- 5.33 钛标准溶液 A (Ti 2.5mg/mL) 称取 2.500g 钛 (质量比率 99.9%以上) 倒入烧杯 (300mL) 中, 盖上表面皿, 分多次少量加入 100mL 盐酸, 稳定加热、分解。冷却到常温后, 用盐酸 (1+1) 清洗表面皿的下方, 拿开表面皿, 用盐酸 (1+1) 将溶液倒入 1000mL 的全量烧瓶中, 加盐酸 (1+1) 稀释到标线。
- 5.34 钛标准溶液 B (Ti 250 μ g/mL) 钛标准溶液 A (5.33) 取所需要量, 用盐酸 (1+1) 将其稀释 10 倍得到钛标准溶液 B。此溶液于使用时进行调配。
- 5.35 钛标准溶液 C (Ti 50 μ g/mL) 钛标准溶液 A (5.33) 取所需要量, 用盐酸 (1+1) 将其稀释 50 倍得到钛标准溶液 C。此溶液于使用时进行调配。

5.36 钛标准溶液 D (Ti 5 μ g/mL) 钛标准溶液 C (5.35) 取所需要量, 用盐酸 (1+1) 将其稀释 10 倍得到钛标准溶液 D。此溶液于使用时进行调配。

5.37 铌标准溶液 A (Nb 5mg/mL) 称取 2.500g 铌 (质量比率 99.9% 以上) 倒入白金坩埚 (100 号) 中, 盖上白金坩埚, 加入 30mL 氢氟酸和几滴硝酸, 稳定加热、分解。用水清洗白金坩埚的下方, 拿开白金坩埚, 加入 30mL 硫酸 (1+1), 稳定加热, 产生三氧化硫白烟²⁾ 3~5 分钟。放凉后, 边用水冷却, 边加入 100mL 过氧化氢 (1+9) 溶液以溶解盐类。冷却到常温后, 用过氧化氢 (1+100) 将溶液倒入 500mL 的全量烧瓶中, 加过氧化氢 (1+100) 稀释到标线。

注²⁾ 需要注意的是, 如果过度加热, 白烟产生时间过长, 则可能会造成盐类无法溶解。

5.38 铌标准溶液 B (Nb 500 μ g/mL) 铌标准溶液 A (5.37) 取所需要量, 用过氧化氢 (1+100) 将其稀释 10 倍得到铌标准溶液 B。此溶液于使用时进行调配。

5.39 铌标准溶液 C (Nb 50 μ g/mL) 铌标准溶液 A (5.37) 取所需要量, 用过氧化氢 (1+100) 将其稀释 100 倍得到铌标准溶液 C。此溶液于使用时进行调配。

6 ICP 发光光谱分析装置

6.1 性能基准

本标准使用的 ICP 发光光谱分析装置, 为了满足 6.2 所规定的短时间稳定性, 需选定分析线, 激励条件, 测光条件等。性能基准的确认按每一定量成分进行。不满足性能基准范围的成分, 无法定量。

6.2 短时间稳定性

11.2 的 a) ~c) 或者 11.3 的 a) ~c) 调制的检量线用溶液的各种溶液, 将 8.2 b) 的操作连续进行 10 次, 求出 10 个定量成分的发光强度比, 制出各种浓度的 10 个平均发光强度比与添加的定量成分量之间的关系线, 将其定为检量线。用此检量线将 10 个发光强度比换算为成分量, 再将成分量换算成 0.5g 试样中的含有率 [质量比率 (%)]。作为短时间稳定性, 每一浓度所得出的 10 个含有率换算值的标准偏差, 不能超过表 3 所示的评价基准值, 即在用直线图表示的成分含有率与评价基准值之间的关系线中, 将含有率换算值的平均值代入含有率所求出的数值。

表 3—短时间稳定性的评价基准值

成分含有率 [质量比率 (%)]	0.0010	0.010	0.10	1.0	10.0
评价基准值 [质量比率 (%)]	0.00016	0.00076	0.0036	0.016	0.08

6.3 性能基准的调查频次

性能基准的调查, 按规定时间段定期地进行。当分析条件更改、检修等, 装置的状态发生变化时则必须进行调查。

7 试样称取量

试样的称取量定为 0.50g。

8 操作

8.1 试样溶液的调配

试样溶液的调配顺序如下。

a) 王水分解后用磷酸硫酸分解法调配

- 1) 称取试样，倒入烧杯（200mL）中，盖上表面皿。
- 2) 加入 10mL 王水（5.3），加热分解后，加入 15mL 混合酸（5.4）。
- 3) 用水清洗表面皿的下方，拿开表面皿，继续加热，直到产生三氧化硫白烟，5 分钟后放凉。
但是，定量成分为钨时，需先缓慢加热，去除水分，产生三氧化硫白烟后，加热到 300° C 以上，产生浓厚白烟，3 分钟后放凉。
- 4) 加入 10mL 过氧化氢（1+1）和 20mL 水，稳定加热以溶解盐类，盖上表面皿，继续加热，直到持续 5 分钟的沸腾。
- 5) 冷却到常温后，用水清洗表面皿的下方，拿开表面皿，加入 10mL 内标准元素¹⁾钼溶液（5.7），用水将溶液倒入 100mL 的全量烧瓶中，加水稀释到标线。

b) 用磷酸硫酸分解法调配³⁾

注³⁾ 此调配法，适用于工具钢。

- 1) 称取试样，倒入烧杯（200mL）中，盖上表面皿。
- 2) 加入 15mL 混合酸（5.4），加热分解。
- 3) 稍许错开表面皿，加热直到产生三氧化硫白烟，一旦从热板上降落，就滴入硝酸使试样完全分解。之后的操作顺序请参照 a) 的 3) ~5)。

c) 用盐酸及磷酸硫酸分解法调配⁴⁾

注⁴⁾ 此调配法，适用于轴承钢。

- 1) 称取试样，倒入烧杯（200mL）中，盖上表面皿。
- 2) 加入 10mL 盐酸及 15mL 混合酸（5.4），加热分解。
- 3) 稍许错开表面皿，加热直到产生三氧化硫白烟，一旦从热板上降落，滴入硝酸使试样完全分解。
- 4) 用水清洗表面皿的下方，拿开表面皿，继续加热，直到产生三氧化硫白烟，5 分钟后放凉。
之后的操作顺序请参照 a) 的 4) 及 5)。

8.2 发光强度的测定

发光强度的测定顺序如下。

- a) 用干滤纸（5 种 C）过滤 8.1a)5)，8.1b)3) 及 8.1c)4) 得到的溶液。
- b) 将a)得到的溶液的一部份喷入 ICP 发光光谱分析装置（第 6 条）的氩等离子中，测定各定量成分的发光强度及内标准元素¹⁾钼的发光强度。求出定量成分和钼的发光强度比。

9 空试验

称取 0.500g 铁（5.5），倒入烧杯（200mL）中。之后按 8.1a) 的 2) ~5) 及 8.2 的顺序，或 8.1b) 2) 和 3) 及 8.2 的顺序，亦或是 8.1c) 的 2) ~4) 及 8.2 的顺序，与上述试样同时进行同样的操作。

10 共存成分的光谱重叠系数

预先对各共存成分 j 的发光光谱和各定量成分 i 的分析线的重叠问题进行调查, 当存在光谱重叠时, 则按下列步骤求出光谱重叠补偿系数 L_{ij} 。

注 关于共存成分的光谱重叠系数, JIS G 1258-0 的 5.4 中记载有系列标准的共同规定。

- a) 按照 11.2 的顺序制出各定量成分量 $250\mu\text{g}$ 以下 (钨是 2.50mg 以下) 的检量线。
- b) 从表 4 的标准溶液添加量的全部范围对共存成分 j 的量分阶段地选择 3 个或 4 个水准, 将铁与共存成分 j 的二元系溶液按照 11.2 的 a) ~c) 调配后, 进行 8.2 b) 的操作。
- c) 由 b) 得到的各发光强度比, 用 a) 制出的检量线求出各溶液中的成分 i 的视在检出量, 算出视在含有率[质量比率 (%)]换算值。
- d) 设各溶液中共存成分添加量的含有率[质量比率 (%)]换算值为 X , 其溶液中的成分 i 的视在含有率[质量比率 (%)]换算值为 Y , 根据添加了共存成分 j 的全部溶液 (包括添加量为零) 的数据, 求出两者的一次方程式 ($Y=aX+b$) 的系数 a 及 b 的值。
- e) 将在 d) 中求出的一次方程式的斜率 a 定为对定量成分 i 的共存成分 j 的光谱重叠补偿系数 L_{ij} 。

11 检量线的制出

注 关于检量线的制出, JIS G 1258-0 的 5.5 中记载有系列标准的共同规定。

11.1 检量线的制出方法

检量线的制出按如下顺序进行。检量线用溶液按照与试样相同的顺序进行调配, 但可不与试样同时进行调配。另外, 发光强度的测定也可在进行检量线的校正时不与试样同时进行测定。

- a) 用铁一定量成分二元系的检量线用溶液制出。
- b) 用多元系的检量线用溶液制出。

11.2 用铁一定量成分二元系的检量线用溶液制出检量线

用铁一定量成分二元系的检量线用溶液制出检量线的顺序如下。

- a) 为表 4 中的每一定量成分准备 9~17 个烧杯 (200mL), 分别称取铁 (5.5) 倒入各烧杯中。铁 (5.5) 的称取量定为 $[0.500-0.500 \times \text{标准溶液添加量的质量比率} (\%) \text{换算值}/100]\text{g}$ 。
- b) 每一定量成分按照表 4 的标准溶液添加量加入标准溶液。
- c) 进行 8.1a) 的 2) ~5), 8.1b) 的 2) 及 3), 或 8.1c) 的 2) ~4) 的操作。其选择与试样溶液的调配相同, 配出的溶液即检量线用溶液。
- d) 制出每一成分各检量线用溶液的发光强度比与所添加的定量成分量之间的关系线, 将此线定为检量线。

表 4—检量线用溶液的标准溶液添加量（铁—定量成分二元系）

单位: mL

定量成分	所使用的标准溶液	标准溶液添加量 ^{a)}
锰	锰标准溶液 C (5.10)	0(0) ^{b)} , 1(0.01), 3 (0.03), 5 (0.05)
	锰标准溶液 B (5.9)	1 (0.1), 3 (0.3), 5 (0.5)
	锰标准溶液 A (5.8)	1 (1), 3 (3), 5 (5), 8 (8), 10 (10), 15 (15), 20 (20)
镍	镍标准溶液 D (5.14)	0(0) ^{b)} , 1(0.01), 3 (0.03), 5 (0.05)
	镍标准溶液 C (5.13)	1 (0.1), 3 (0.3), 5 (0.5)
	镍标准溶液 B (5.12)	1 (1), 3 (3)
	镍标准溶液 A (5.11)	1 (5), 1.5 (7.5), 2 (10), 3 (15), 4 (20), 5 (25), 6 (30)
铬	铬标准溶液 D (5.18)	0(0) ^{b)} , 1(0.01), 3 (0.03), 5 (0.05)
	铬标准溶液 C (5.17)	1 (0.1), 3 (0.3), 5 (0.5)
	铬标准溶液 B (5.16)	1 (1), 3 (3)
	铬标准溶液 A (5.15)	1 (5), 1.5 (7.5), 2 (10), 3 (15), 4 (20), 5 (25), 6 (30), 7 (35)
钼	钼标准溶液 C (5.21)	0(0) ^{b)} , 1(0.01), 3 (0.03), 5 (0.05)
	钼标准溶液 B (5.20)	1 (0.1), 3 (0.3), 5 (0.5)
	钼标准溶液 A (5.19)	1 (1), 3 (3), 5 (5), 8 (8), 10 (10)
铜	铜标准溶液 C (5.24)	0(0) ^{b)} , 1(0.01), 3 (0.03), 5 (0.05)
	铜标准溶液 B (5.23)	1 (0.1), 3 (0.3), 5 (0.5)
	铜标准溶液 A (5.22)	1 (1), 2 (2), 3 (3), 4 (4), 5 (5)
钨	钨标准溶液 B (5.26)	0(0) ^{b)} , 1(0.1), 3 (0.3), 5 (0.5)
	钨标准溶液 A (5.25)	1 (1), 3 (3), 5 (5), 8 (8), 10 (10)
钒	钒标准溶液 C (5.29)	0(0) ^{b)} , 1(0.01), 3 (0.03), 5 (0.05)
	钒标准溶液 B (5.28)	1 (0.1), 3 (0.3), 5 (0.5)
	钒标准溶液 A (5.27)	1 (1), 2 (2), 3 (3), 4 (4), 5 (5)
钴	钴标准溶液 C (5.32)	0(0) ^{b)} , 1(0.01), 3 (0.03), 5 (0.05)
	钴标准溶液 B (5.31)	1 (0.1), 3 (0.3), 5 (0.5)
	钴标准溶液 A (5.30)	1 (1), 3 (3), 5 (5), 8 (8), 10 (10), 15 (15), 20 (20)
钛	钛标准溶液 D (5.36)	0(0) ^{b)} , 1(0.001), 3 (0.003), 5 (0.005)
	钛标准溶液 C (5.35)	1 (0.01), 3 (0.03), 5 (0.05)
	钛标准溶液 B (5.34)	2 (0.1), 6 (0.3)
	钛标准溶液 A (5.33)	1 (0.5), 1.5 (0.75), 2 (1), 4 (2), 6 (3)
铌	铌标准溶液 C (5.39)	0(0) ^{b)} , 1(0.01), 3 (0.03), 5 (0.05)
	铌标准溶液 B (5.38)	1 (0.1), 3 (0.3), 5 (0.5)
	铌标准溶液 A (5.37)	1 (1), 2 (2), 3 (3), 4 (4), 5 (5)
注 ^{a)} () 内的值表示添加量的钢 0.5g 中的含有率[质量比率 (%)]换算值。		
^{b)} 零量		

11.3 用多成分系检量线用溶液制出检量线

用多成分系检量线用溶液制出检量线时, 必须考虑共存元素的影响。检量线的制出按照 JIS G 1258-0 的 5.5 (检量线的制出) 进行。

注 考虑到共存元素的影响, 制出检量线的过程举例如下。此例是把各成分的规定定量范围的全部作为定量范围的检量线, 是同时将规定对象的全部成分制出的例子。

- a) 准备 17 个烧杯 (200mL)，分别称取表 5 所示的每一系列表示的量的铁 (5.5)，倒入各烧杯中。
- b) 对每一系列按照表 5 的标准溶液添加量加入定量成分的标准溶液。
- c) 进行 8.1a) 的 2) ~5)，8.1b) 的 2) 及 3)，或 8.1c) 的 2) ~4) 的操作。其选择与试样溶液的调配相同，配出的溶液即检量线用溶液。
- d) 将每一成分制出的各检量线用溶液的发光强度比与用第 10e) 条求得的光谱重叠补偿系数 (L_{ij}) 通过算式 (1) 得到的定量成分的推定基准值 (x_i) 的关系线定为检量线。

$$x_i = W_i + \sum (L_{ij} \times W_j) \dots\dots\dots (1)$$

算式中， x_i : 定量成分i的推定基准值 (g)。

W_i : 作为标准溶液添加的定量成分i的量 (g)。

L_{ij} : 定量成分i的共存成分j的光谱重叠补偿系数。

W_j : 作为标准溶液添加的共存成分j的量 (g)。

表 5—检量线用溶液的标准溶液添加量 (多成分系)

检 量 线 系 列 编 号	添加标准溶液的细分编号及添加量 ^{a)}																				铁 (5.5)	
	mL																				称取量	
	锰		镍		铬		钼		铜		钨		钒		钴		钛		铌		g	
	标 准 溶液	添 加 量	标 准 溶液	添加量	标 准 溶液	添加量	标 准 溶液	添 加 量	标 准 溶液	添 加 量	标 准 溶液	添 加 量	标 准 溶液	添 加 量	标 准 溶液	添 加 量	标准 溶液	添加量	标准 溶液	添 加 量		
1 ^{b)}		0		0		0		0		0		0		0		0		0		0	0.500	
2	5.8	1(1)	5.12	3(3)	5.18	1(0.01)	5.19	10(10)	5.23	1(0.1)	5.25	10(10)		0	5.30	1(1)	5.33	2(1)	5.37	3(3)	0.355	
3	5.8	10(10)	5.11	5(25)	5.18	3(0.03)	5.21	3(0.03)	5.24	3(0.03)	5.25	1(1)	5.27	4(4)	5.31	1(0.1)	5.35	3(0.03)		0	0.299	
4	5.8	20(20)	5.12	1(1)	5.18	5(0.05)	5.19	5(5)		0	5.25	5(5)		0	5.31	3(0.3)	5.33	1(0.5)	5.39	5(0.05)	0.340	
5	5.9	5(0.5)	5.11	6(30)	5.17	1(0.1)	5.20	1(0.1)	5.24	5(0.05)		0	5.28	3(0.3)	5.32	1(0.01)	5.33	1.5(0.75)	5.39	3(0.03)	0.341	
6	5.8	8(8)	5.14	3(0.03)	5.17	3(0.3)	5.19	1(1)	5.23	5(0.5)	5.26	1(0.1)	5.27	1(1)	5.30	8(8)	5.36	5(0.005)	5.37	4(4)	0.385	
7		0	5.11	4(20)	5.17	5(0.5)		0	5.24	1(0.01)		0	5.29	1(0.01)		0		0	5.38	3(0.3)	0.396	
8	5.10	1(0.01)	5.11	2(10)	5.16	1(1)	5.21	1(0.01)		0		0	5.27	3(3)	5.32	3(0.03)	5.33	6(3)	5.37	2(2)	0.405	
9	5.8	15(15)		0	5.16	3(3)		0	5.22	1(1)	5.25	3(3)	5.29	3(0.03)	5.30	15(15)	5.34	2(0.1)	5.38	1(0.1)	0.314	
10	5.8	3(3)	5.14	5(0.05)	5.15	1(5)	5.19	8(8)		0	5.26	3(0.3)		0	5.32	5(0.05)	5.34	6(0.3)	5.37	5(5)	0.392	
11		0	5.11	3(15)	5.15	1.5(7.5)		0		0		0	5.27	5(5)		0	5.36	3(0.003)		0	0.362	
12	5.10	3(0.03)	5.14	1(0.01)	5.15	2(10)	5.21	5(0.05)	5.22	3(3)	5.26	5(0.5)	5.28	5(0.5)		0		0		0	0.430	
13	5.9	1(0.1)	5.11	1.5(7.5)	5.15	3(15)	5.19	3(3)	5.22	2(2)		0	5.29	5(0.05)	5.30	3(3)	5.36	1(0.001)	5.37	1(1)	0.342	
14	5.9	3(0.3)	5.13	3(0.3)	5.15	4(20)	5.20	3(0.3)	5.23	3(0.3)		0		0	5.30	20(20)		0		0	0.294	
15	5.8	5(5)	5.11	1(5)	5.15	5(25)	5.20	5(0.5)	5.22	4(4)	5.25	8(8)	5.27	2(2)	5.31	5(0.5)	5.35	1(0.01)	5.39	1(0.01)	0.250	
16	5.10	5(0.05)	5.13	5(0.5)	5.15	6(30)		0	5.22	5(5)		0	5.28	1(0.1)	5.30	5(5)	5.33	4(2)	5.38	5(0.5)	0.284	
17		0	5.13	1(0.1)	5.15	7(35)		0		0		0		0	5.30	10(10)	5.35	5(0.05)		0	0.274	
注 ^{a)} () 内的值表示添加量的钢 0.5g 中的含有率[质量比率 (%)]换算值。																						^{b)} 零量

12 检量线的校正

在测定试样溶液的发光强度比时，当制出的检量线有时效变化时，准备定量成分浓度不同的 2 份检量线用溶液⁵⁾，按照 8.2b) 测定发光强度比，使得出的发光强度比的检出量换算值与检量线制出时的该溶液检出量换算值一致，以此校正检量线。

注⁵⁾ 例如，使用检量线用溶液的上限及下限的 2 份。

13 计算

计算过程如下。

注 关于计算，JIS G 1258-0 的 5.6 中记载有系列标准的共同规定。

- a) 未补偿含有率的计算 将 8.2 b) 及空试验 (第 9 条) 得到的发光强度比，换算为第 11 条制出的检量线或第 12 条得到的校正的检量线，根据算式 (2) 算出试样中定量成分 i 的未补偿含有率。

$$X'_i = \frac{m_{i1} - m_{i2} \div m_{i3}}{m} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

算式中， X'_i ：试样中的定量成分 i 的未补偿含有率[质量比率 (%)]

m_{i1} ：试样溶液中的定量成分 i 的检出量 (g)

m_{i2} ：空试验溶液中的定量成分 i 的检出量 (g)

m_{i3} ：空试验中称取的铁 (5.5) 中的定量成分 i 的量 (g)

m ：试样称取量 (g)

- b) 定量值的计算 a) 得到的未补偿含有率 (X'_i)，第 10e) 条中求出的光谱重叠补偿系数 (L_{ij}) 及用其他方法或者用 ICP 发光光谱分析方法得到的共存成分的含有率 (W_j)，按照算式 (3) 算出试样中的定量成分 i 的含有率。

$$X_i = X'_i - \sum (L_{ij} \times W_j) \dots\dots\dots(3)$$

算式中， X_i ：试样中的定量成分 i 的含有率[质量比率 (%)]

X'_i ：a) 得到的定量成分 i 的未补偿含有率[质量比率 (%)]

L_{ij} ：第 10e) 条得到的定量成分 i 的共存成分 j 的光谱重叠补偿系数。

W_j ：试样中共存成分 j 的含有率[质量比率 (%)]

14 容许差

容许差如表 6 所示。

表 6—容许差

定 量 成分	定量值的平均值 [质量比率 (%)]	并行容许差 [质量比率 (%)]	室内再现容许差 [质量比率 (%)]	室间再现容许差 [质量比率 (%)]
锰	大于 0.01 小于 20.0	$f(n) \times$ [0.0039 × (Mn) + 0.0007]	$f(n) \times$ [0.0068 × (Mn) + 0.0011]	$f(n) \times$ [0.0083 × (Mn) + 0.0017]
镍	大于 0.01 小于 30.0	$f(n) \times$ [0.0041 × (Ni) + 0.0005]	$f(n) \times$ [0.0061 × (Ni) + 0.0009]	$f(n) \times$ [0.0094 × (Ni) + 0.0022]
铬	大于 0.01 小于 35.0	$f(n) \times$ [0.0039 × (Cr) + 0.0006]	$f(n) \times$ [0.0068 × (Cr) + 0.0011]	$f(n) \times$ [0.0114 × (Cr) + 0.0014]
钼	大于 0.01 小于 10.0	$f(n) \times$ [0.0043 × (Mo) + 0.0004]	$f(n) \times$ [0.0077 × (Mo) + 0.0006]	$f(n) \times$ [0.0108 × (Mo) + 0.0019]
铜	大于 0.01 小于 5.0	$f(n) \times$ [0.0049 × (Cu) + 0.0003]	$f(n) \times$ [0.0085 × (Cu) + 0.0005]	$f(n) \times$ [0.0203 × (Cu) + 0.0012]
钨	大于 0.10 小于 10.0	$f(n) \times$ [0.0053 × (W) + 0.0006]	$f(n) \times$ [0.0110 × (W) + 0.0008]	$f(n) \times$ [0.0264 × (W) + 0.0032]
钒	大于 0.01 小于 5.0	$f(n) \times$ [0.0054 × (V) + 0.0003]	$f(n) \times$ [0.0072 × (V) + 0.0007]	$f(n) \times$ [0.0190 × (V) + 0.0015]
钴	大于 0.01 小于 20.0	$f(n) \times$ [0.0039 × (Co) + 0.0006]	$f(n) \times$ [0.0075 × (Co) + 0.0007]	$f(n) \times$ [0.0146 × (Co) + 0.0013]
钛	大于 0.001 小于 3.0	$f(n) \times$ [0.0057 × (Ti) + 0.00015]	$f(n) \times$ [0.0094 × (Ti) + 0.0003]	$f(n) \times$ [0.0127 × (Ti) + 0.0007]
铌	大于 0.01 小于 5.0	$f(n) \times$ [0.0046 × (Nb) + 0.0005]	$f(n) \times$ [0.0064 × (Nb) + 0.0010]	$f(n) \times$ [0.0139 × (Nb) + 0.0032]
容许差计算式中的 $f(n)$ 的值, 按照 JIS Z 8402-6 的表 1 (容许范围的系数)。n 的值: 并行容许差时是并行分析次数; 室内再现容许差时是同一分析室内的分析次数; 室间再现容许差时是参与分析室数。另外, (Mn) 等是求出容许差的各成分定量值的平均值[质量比率 (%)]。				