

铁和钢—ICP 发射光谱分析方法—

第 5 部：硼含量方法—硫酸磷酸分解法

Iron and steel —ICP atomic spectrometric method—
Part5: Determination of boron content—
Dissolution in phosphoric and sulfuric acids

1、适用范围

本标准根据 ICP 发射光谱分析法，规定了钢中硼含量方法中的硫酸、磷酸分解法。此方法适用于硼的含有率（质量比）在 0.001%以上 2.0%以下。

2、引用标准

以下为本标准引用的标准，这些标准构成了本标准的一部分。这些引用的标准均采用了其最新版本（包括增补内容）。

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

JIS K 0050 化学分析方法通则

JIS Z 8402-6 测定方法及测定结果的精确度（可靠性和精度）第 6 部：精确度相关数值的实际使用方法。

3、一般事项

定量方法的共同一般事项依据 JIS G 12580-0。

4、要点

用硫酸和磷酸分解试样，加入硫酸和磷酸加热后发出三氧化硫的白烟，加热到 290℃30 分钟后，放冷。依据定量发射强度法，将溶液喷在 ICP 发射光谱分析装置的氩等离子中，测定硼的发光强度。根据定量发射强度法，向溶液中添加内标准元素¹⁾ 钇，喷在 ICP 发射光谱分析装置的氩等离子中，同时测出硼与钇的分析线发光强度，计算出硼与钇的发光强度比。

注 关于测定发光强度的分析线的规定，记载在 **JIS G1258-0 5.1** 标准群的共同规定中。适合本标准硼的分析线有 208.89nm, 208.96nm, 249.68nm, 249.77nm 钇的分析线 371.03nm。

注1) 内标准元素及添加量在 **JIS G 1258-0 5.2** 标准群共同规定中记载。

5 试剂

试剂如下。

注 试剂中关于标准溶液在 JIS G1258-0 的 5.3 项标准群的共通规定中记载。

5.1 盐酸

5.2 硝酸

5.3 硫酸

5.4 磷酸

5.5 铁 高纯度铁，不含硼或硼的含量低，已知事项。

5.6 钇溶液 (Y 1mg/mL) 量取 1.270g 三氧化二钇 (质量比 99.9% 以上) 移入烧杯 (200mL) 中，加入 50 mL 盐酸 (1+1) 稳定加热分解。冷却到常温后，将溶液移入 1000 mL 全量烧瓶中，用水将溶液稀释到标准线。

5.7 硼标准溶液 A (B 1mg/mL) 量取 1.430g 硼酸移入烧杯 (200mL) 中，加入大约 50 mL 的水溶解。用水将溶液移入 250mL 全量烧瓶中，用水稀释到标准线。

5.8 硼标准溶液 B (B 0.1mg/mL) 用水正确将硼标准溶液 A (5.7) 稀释 10 倍。

5.9 硼标准溶液 C (B 10ug/mL) 每次使用硼标准溶液 A (5.7) 时，用水正确稀释 100 倍。

5.10 硼标准溶液 D (B 1ug/mL) 每次使用硼标准溶液 B (5.8) 时，用水正确稀释 100 倍。

6 ICP 发射光谱分析装置

6.1 性能基准

本标准中使用的 ICP 放射光谱分析装置，分析线必须全部满足 6.2 规定的短时间稳定性，以选择激发条件、测光条件。不满足性能基准的范围，无法定量。

6.2 短时稳定性

6.2.1 0.001%~0.01%的硼定量装置的短时稳定性

用表 4 的 No.2 和 No.7 检量线溶液，重复进行 10 次 8.2b) 的操作测出硼的发光强度，并根据定量强度比法，求出 10 个与钇的发射强度的比。[以下称为发光强度 (比)。] 利用根据 11.1.1 及 11.2 作成的检量线，得到 10 个硼的发光强度 (比)，将其换算硼的含量，并换算出硼的量在 0.5g 的试样中的含有率 [质量比 (%)]。作为稳定性来讲，各溶液所得到的 10 个硼的含有率换算值的偏差，必须全都在表 1 规定的评价基准值以下。

表 1—短时间稳定性的基准值 [硼含有率 (质量比) 0.001%~0.01%]

调查溶液	No.2 溶液	No.7 溶液
评价基准值 [质量比 (%)]	0.00015	0.0002

6.2.2 0.01%~2.0%的硼定量装置的短时稳定性

根据分析试样的硼含有率进行选择，用 11.1.2 后 11.1.3 调制的检量线溶液，重复进行 10 次 8.2b) 的操作，并求出 10 个硼的发光强度比，将各种浓度的 10 个平均发光强度比与添加的硼量之间作成关系线，将此关系线作为检量线。用这条检量线分别换算出 10 个发光强度比的硼的量，并换算出硼的量在 0.5g 的试样中的含有率 [质量比 (%)]。在表 2 规定的硼含有量和评价基准值之间关系两对数图标表中，用直线来表示二者的关

系，将通利用硼含有率得到的硼含有率换算值的平均值代入求出评价基准，作为稳定性来讲，每个浓度所得到的 10 个硼含有率换算值的偏差，必须在这个评价基准以下。

表 2—短时间稳定性的基准值[硼含有率（质量比）0.01%~2.0%]

硼含有率[质量比（%）]	0.010	0.10	1.0	2.0
评价基准值[质量比（%）]	0.0003	0.0016	0.009	0.015

6.3 性能基准调查频度

根据分析条件的变更，检修等，装置的状态可能会发生变化，所以性能基准调查必须决定一个期限定期进行。

7 试样的量取

试样的量取，按照表 3 操作。

表 3-试样的量取量

试样中硼含有率 [质量比（%）]	试样量取量 g
0.001 以上 0.010 以下	0.50
0.010 以上 2.0 以下	0.25

8 操作

8.1 试样溶液的调制

试样溶液的调制按照下面的步骤进行。

- 量取试样，移入石英玻璃制的三角烧瓶（200mL）中，盖上石英玻璃表面皿。
- 加入 10mL 盐酸及 5mL 的硝酸。放置在室温状态下，待试样不再分解后，加热使试样充分分解。加入 10mL 的磷酸及 5mL 的硫酸，持续加热，发出硫酸的白烟后，温度控制在 $290\pm 10^{\circ}\text{C}$ ，加热 30 分钟。温度的控制，可在另外的石英玻璃三角烧瓶（200mL）中加入 10mL 的磷酸及 5mL 的硫酸加热，在冒出白烟的状态，温度计一边用确认一边进行。

放冷到接近室温后，缓慢地加入 30mL 的水，加热稀释糖浆状的溶液。

- 冷却至室温后，预先按照 JIS K 0050 附件 5 的第 3 项(全量烧瓶的校正方法)校正好 100mL 的聚乙烯制的全量烧瓶，并用水将溶液移入烧瓶中，有水稀释至标准线。应用定量强度比法，正确地添加 10mL 的内标准元素钇溶液（5.6）后，用水稀释至标准线。

8.2 发射强度的测定

发射强度的测定按照下面的步骤进行。

- 用干滤纸（5 种 C）过滤 8.1c)得到的溶液。
- 将步骤 a) 得到溶液的一部份喷入 ICP 发射光谱分析装置，来测定硼的发光强度。应用强度比方法，同时测定内标准元素钇的发光强度，算出硼与钇的发光强度比。硼与其它成分相比，在喷雾腔内滞留的时间比较长，所以测定的洗净时间或预备喷雾时间会比通常稍长。此外，测定微量区域（质量比在 0.010 以下）时，测定各试

样溶液的发光强度时，还要测定洗净液的的发光强度，确认其强度降到了恒定状态，对之前的试样溶液没有影响。

9 空试验

量取相同量的铁（5.5）来代替试样，按照 8.1 及 8.2 的步骤，与试样同时进行同样的操作。

10 共存成分的光谱重叠系数

预先调查共同成分 j 的发射光谱和硼分析线的重叠情况。有重叠的情况时，按下列步骤求出光谱重叠补偿系数 L_j 。

注：关于共同成分的光谱重合系数，JIS G 1258-0 的 5.4 标准群的规定中记载。

- 按照 11 条的步骤作成硼含有率（质量比）0~0.20% 的检量线。
- 阶段性地添加共存成分 j ，将与铁共存成分 j 的二元系溶液调制到 3 基准或 4 基准后，按照 8.2 的步骤测定发光强度（比）。
- 根据 b) 得到的发射强度比，用 a) 作成的检量线求出铁- j 二元系溶液中表观硼的量，根据这个量换算出试样中表观硼的含有率[质量比（%）]的值。
- 二元系溶液的共存成分 j 在试样中含有率[质量比（%）]的值设为 X ，溶液中表观硼量含有率换算值[质量比（%）]设为 Y ，根据添了加共存成分 j 的溶液总体（包含添加量为 0），求出两者的一次方程式（ $Y=aX+b$ ）中系数 a 及 b 的值。
- 将 d) 中求得的 a 作为硼对应的共存元素 j 的光谱重叠补偿系数 L_j 。

11 检量线的作成

注：关于检量线的作成，在 JIS G1258-0 的 5.5 标准群的共通规定中记载。

11.1 检量线用溶液的调制

11.1.1 硼含有率质量比 0.0010% 以上 0.010% 以下的检量线作成所用检量线溶液的调制

硼含有率质量比 0.0010% 以上 0.010% 以下的检量线作成所用检量线溶液的调制，按照以下方法。检量线用溶液调制虽然按照和试样相同的步骤进行，但是可以不和试样同步进行。

- 准备 7 个石英玻璃三角烧瓶（200mL），都移入 0.500g 铁（5.5）。
- 根据表 4 正确添加硼标准溶液。
- 进行 8.1b) 及 8.1c) 的操作。

表 4—检量线用溶液的硼标准溶液的添加量
[硼含有率(质量比)0.0010%以上 0.010%以下的检量线作成用]

检量线用溶液 No.	使用硼标准溶液	添加量 mL	硼的添加量 ug	试样中硼含有率换算值 [质量比(%)]
1 (0 项)		0	0	0
2	硼标准溶液 D(5.10)	5	5	0.001
3	硼标准溶液 D(5.10)	10	10	0.002
4	硼标准溶液 C(5.9)	2	20	0.004
5	硼标准溶液 C(5.9)	3	30	0.006
6	硼标准溶液 C(5.9)	4	40	0.008
7	硼标准溶液 C(5.9)	5	50	0.010

11.1.2 硼含有率质量比 0.010%以上 0.10%以下的检量线作成所用检量线溶液的调制

硼含有率质量比 0.010%以上 0.10%以下的检量线作成所用检量线溶液的调制，按照以下方法。检量线用溶液调制虽然按照和试样相同的步骤进行，但是可以不和试样同步进行。

- a) 准备 7 个石英玻璃三角烧瓶（200mL），都移入 0.500g 铁（5.5）。
- b) 根据表 5 正确添加硼标准溶液。
- d) 进行 8.1b)及 8.1c)的操作。

表 5—检量线用溶液的硼标准溶液的添加量
[硼含有率(质量比)0.010%以上 0.10%以下的检量线作成用]

检量线用溶液 No.	使用硼标准溶液	添加量 mL	硼的添加量 ug	试样中硼含有率换算值 [质量比(%)]
1 (0 项)		0	0	0
2	硼标准溶液 C(5.9)	2	0.02	0.008
3	硼标准溶液 C(5.9)	5	0.05	0.02
4	硼标准溶液 C(5.9)	10	0.1	0.04
5	硼标准溶液 C(5.9)	15	0.15	0.06
6	硼标准溶液 B(5.8)	2	0.2	0.08
7	硼标准溶液 B(5.8)	3	0.3	0.12

11.1.3 硼含有率质量比 0.10%以上 2.0%以下的检量线作成所用检量线溶液的调制

硼含有率质量比 0.10%以上 2.0%以下的检量线作成所用检量线溶液的调制，按照以下方法。检量线用溶液调制虽然按照和试样相同的步骤进行，但是可以不和试样同步进行。

- a) 准备 7 个石英玻璃三角烧瓶（200mL），都移入 0.500g 铁（5.5）。
- b) 根据表 6 正确添加硼标准溶液。
- e) 进行 8.1b)及 8.1c)的操作。

11.2 检量线的作成

用 11.1 各条调制的检量线溶液进行 8.2 的操作，将得到的各检量线用溶液的发射强度比与与添加的硼量间的关系作成关系线，就把这条线作为检量线。发光强度的测定，在进行检量线校正时，也可以不与试样同时进行。

表 6—检量线用溶液的硼标准溶液的添加量
[硼含有率(质量比)0.10%以上 2.0%以下的检量线作成用]

检量线用溶液 No.	使用硼标准溶液	添加量 mL	硼的添加量 mg	试样中硼含有率换算值 [质量比(%)]
1 (0 项)		0	0	0
2	硼标准溶液 B(5.8)	2	0.2	0.08
3	硼标准溶液 B(5.8)	5	0.5	0.2
4	硼标准溶液 B(5.8)	10	1.0	0.4
5	硼标准溶液 A(5.7)	2	2.0	0.8
6	硼标准溶液 A(5.7)	3	3.0	1.2
7	硼标准溶液 A(5.7)	4	4.0	1.6
8	硼标准溶液 A(5.7)	5	5.0	2.0

12 检量线的校正

测定试样溶液的发光强度比时，作成的检量线发生历时变化时，要准备硼添加量不同的两个检查线用溶液²⁾，根据 8.2b)测定发光强度(比)，为了使得到的发射强度比检出量换算值与检量线作成时这些溶液的检出量换算值一致，而校正检量线。

注⁵⁾ 比如用检出线溶液的上限与下限两种。

13 计算

计算按照下列步骤进行。

注：关于计算，JIS G 1258-0 的 5.6 标准群的共同规定中记载。

- a) **未补偿含有率的计算** 将 8.2 b)及空试验 (9 条)得到的发射强度 (比)，用 11 条作成的检量线或 12 条校正的检量线换算出硼的量，根据算式 (2) 算出试样中未补偿硼的含有率。

$$B' = \frac{m_1 - m_2 + m_3}{m} \times 100 \quad (2)$$

这里，B'：试样中的硼的未补偿含有率[质量比 (%)]

m₁ ：试样溶液中硼的检出量 (g)

m₂ ：空试验溶液中硼的检出量(g)

m₃ ：空试验量取铁 (5.5) 中的硼的量 (g)

m ：试样的量取量 (g)

- b) **定量值的计算** 根据 a)得到未补偿含有率 (B')，10 条 e)求得的光谱重叠补偿系数 (L_j) ,以及用其它办法或 ICP 发射光谱分析方法得到的共存成分的含有率 (W_j)，按照算式 (3) 计算试样中硼的含有率。

$$B = B' - \sum (L_j \times W_j) \quad (3)$$

这里， B ：试样中硼的含有率[质量比 (%)]

B'：a)得到未补偿硼的含有率[质量比 (%)]

L_j ：10 条 e)求得的共存成分 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 (%)]

14 容许偏差

本标准钢中硼定量的容许偏差如表 7 所示

表 7—容许偏差

硼定量值的平均值 [质量比 (%)]	并行容许偏差 [质量比 (%)]	室内再现容许偏差 [质量比 (%)]	室间再现容许偏差[质量比 (%)]
0.001 以上 0.010 以下	$f(n) \times 0.000\ 10$	$f(n) \times 0.000\ 12$	$f(n) \times [0.010\ 8 \times (B) + 0.000\ 17]$
0.010 以上 2.0 以下	$f(n) \times [0.006\ 8 \times (B) + 0.000\ 1]$	$f(n) \times [0.010\ 9 \times (B) + 0.000\ 3]$	$f(n) \times [0.014\ 7 \times (B) + 0.000\ 4]$

容许偏差计算式中的 $f(n)$ 的值根据 JIS Z 8402-6 中表 1 (容许范围的系数)。并行容许偏差时, N 的值为并行分析次数; 室内再现容许偏差时, N 的值为同一分析室内所做的分析次数; 室间再现容许偏差时, N 的值为与分析相关的分析室的数量。此外, (B) 为求得容许偏差硼定量值的平均值[质量比 (%)]。

铁和钢—ICP 发射光谱分析方法—

第 4 部：硼含量方法—硫酸磷酸分解法

说 明

本说明是对标准主体规定的事项，以及与其相关事项的说明，不是本标准的一部分。

本说明是由财团法人日本标准协会編集·发行的，如对本说明有疑问，请与财团法人日本标准协会联系确认。

1 制定的主旨

本标准是关于钢中的硼含量方法，根据以前的 JIS（JIS G 1226 以及 JIS G 1258:2005）的规定，因为需要蒸馏操作，所以非常复杂繁琐。因此采用了操作简便（不用进行硼蒸馏分离等操作，直接将试样溶液在 ICP 分析装置中分析）的 ICP 发射光谱分析法作为 JIS 分析法，并以此为主旨制定本标准。

2 制定的经过

社团法人日本钢铁联盟标准化中心钢材标准研究会 F02.03 部门（以下称为 F02.03 部门）提出希望关于高浓度区域（含有率 1% 水平）的硼定量法，将 ICP 发射光谱分析法作为 JIS 分析法采用，另外，提出希望关于低浓度区域（含有率 0.00n% 水平）的硼定量法，同样采用 ICP 发射光谱分析法作为 JIS 分析法，因此 F02.03 部门内成立了 ICP-B 直接法标准化 WG（以下简称 WG），研讨本分析法。

作为试样的分解方法，其它成分的 ICP 定量法规定，研究了硫酸磷酸分解法和酸分解·碳酸钠溶化法。研究结果判定，对高浓度硼含有率的不锈钢来说，只适用硫酸磷酸分解法，酸分解·碳酸钠溶化法不适用。但是，酸分解·碳酸钠溶化法和其它成分 ICP 分析法相同，适用于溶液的其它成分定量，对标准有很大益处，所以 WG 最终将两种分析法标准化。

WG 作成标准初稿后，提交 F02.03 部门审议。经 F02.03 部门审议判定，作为标准的形式，JIS G 1258 的以前的通过附件的形式来规定各成分定量法的标准样式，不能整合成 JIS Z 8301 规定的最新（标准票样式以及制作方法）样式，所以决定将各成分的定量法分别作为独立的标准汇编一部标准。所以，将确立的硼定量法，硫酸磷酸分解法作为 JIS G 1258 的第 5 部，酸分解·碳酸钠溶化法作为第 6 部制定，关于标准的样式与内容与其它部分整合制成原稿。F02.03 部门制定的原稿经过社团法人日本钢铁联盟标准化中心钢材标准三者委员会审议，提交经济产业部，经日本工业标准调查会钢铁技术专门委员会审议最终制定。

3 审议中作为特殊问题保留的事项

关于容许偏差，第 1 次精度调查共同试验，检量线的作成方法的指标很差，0.01%～

解 1

0. 1%的精度很差。最初考虑用精度较好的不满0.01%及超过0.1%的数据来求精度式，但最终采用了应该用实际数据来求精度式的建议，再次进行试验来求精度，同时也引用了检量线作成方法的标准的相关规定作为再次实验的指导内容。

4 应用范围

本标准适用的上限为硼的含有率为2%，使利用硼原子力的不锈钢的硼定量适用这一标准变为可能；适用的下限为0.001%，使一般的硼添加钢的硼定量适用这一标准变为可能。共同实验提供的试样的含有率范围数值舍入后，在0.0009%~1.6%范围。

5 规定项目的内容

各规定项目的补充说明，规定的理由，内容的根据等如下所述。下列各条内容中记载的号码均为标准主体中的条目号码及条目明细。

- a) **2 引用标准** 由于JIS G 1258-0引用了JIS G1201，又因为JIS G1201引用了JIS K 0116，所以本标准虽然引用了JIS G1201、JIS K 0116，但在本标准中没有记载。
- b) **4 要旨（分析线）** 硼的分析线，一般的ICP分析条件下感度最高的为249.77nm分析线，但是，这条分析线与铁的重合很大，要不是具有对波长高分解功能的装置的话就无法使用。此外，182.6nm分析线与S的重合很大，适用本标准很困难。在记载的分析线例子中，249.68nm的分析线是具有最高感度的。
- c) **5 试剂** 标准溶液虽然在JIS G 1258-0记载，但也可用市场上贩卖的标准溶液。
- d) **6.2 表1及表2** 表1及表2表示的短时稳定性评价基准数值，是根据WG的短时稳定性调查的实际数值制定的。
- e) **7 试样的量取量**，硼含有率（质量比）0.01%以上的试样的量取量为0.25g，ICP的发光强度的相对变动，0.25g与0.5g没有差别，在钢中硼分解方面，判断0.25g根有利分解。
- f) **8.1 试样溶液的调制** 试样溶液调制的步骤，最初研究决定按照JIS G1258: 2000的附件7的步骤，但是判定该步骤硼化物的分解不充分，最终采用JIS G 1226规定的溶液调制方法（与JIS G1258: 2005附件10相同的溶液调制方法）。
- g) **8.2 发光强度的测定** 解说表1表示硼分析条件。很多事务所根据硼浓度，变更了喷雾时间及清洗时间。此外，洗净液用稀盐酸代替水，还有使用添加了界面活性剂的溶液等，在硼分析过程中，很多事务所，采取了特殊方法来去除前试样的影响。
关于内标准要素的种类以及用量，如标准本体注¹⁾记载在JIS G 1258-0的5.2中规定，本标准本体虽然规定钇，但也可以用铈，此外，关于添加量，本体内容规定了浓度、用量，但是也可以变更。
- h) **9 空实验** 要更改检量线溶液母液组成时，关于空实验液的调制，在JIS G 1258-0的5.5.3中记述。
- i) **10 共存成分的光谱重合系数** 硼分析线共存成分的影响调查结果，如解说表2所示。
- j) **11 检量线的作成** 检量线的作成，为了抑制硼的ICP发光强度的失真影响，所以，

解 2

最好能测定了浓度与分析试样类似的检量线溶液。基于此，规定按照浓度区分为 3 个范围进行溶液调制。

检量线的作成，用其它的分析法，溶液的调制及测定要与试样同时进行，这是惯例，但 ICP 发射法因为是多元素同时分析，所以作成检量线的试样数也很多，每个试样的分析都要进行溶液调制和测定的话效率很低。所以调制与试样分开进行也可以，由于使用过的试剂产生污染物的影响，依据空实验进行补偿。此外，有关测定校正检量线，可以省略与试样同时进行。本标准中，定量成分只有 1 种，为了和其它标准操作吻合，所以决定检量线作成可以不与试样同时进行。

- k) 12 检量线的校正** 检量线的校正的具体步骤的实例，在 JIS G1258-1～-3 解说中检量线校正的项目中记载，请参照。
- f) 13 计算** 因为以检量线溶液为基准，空实验的得到的元素量也可能为负值。此外，在通常状态时，共同元素的光谱线的重叠补偿量，补偿界限为定量值容许误差的 10 倍。其它的光谱线的重合影响时，每次都要严密地求证补偿系数，进行补偿等特别操作，必须确认分析值的信赖性。
- m) 14 容许偏差** 求得的容许偏差的共同实验结果如解说表 3 以及表 4 所示。表 3 以及表 4 的内容为不区分分析线，总结总体的结果。因此，特别是室间再现精度，每个分析线都表示不同的解析结果。标准本体表 7 的方式，解析求得各分析线精度的平均值。

解说表 1—实验条件表

项目		NO.1	NO.2	NO.3	NO.4	NO.5	NO.6	NO.7
发光部	等离子输出功率 (kw)	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2	2
	等离子频率 (MHz)	27.12						
	喷作的型号样式 方向	石英三重构造型 纵型						
	喷雾器的型号样式	同轴型	同轴型	同轴型	同轴型	横流型	横流型	横流型
	有无试样溶液送液装置	有	无	无	无	有	无	无
	肃清气体的种类	Ar	Ar	Ar	Ar	Ar	Ar	Ar
分光部	构造	真空型	真空型	真空	真空型	真空型	大气·真空型并用	常压型
	光学系构造①策尔尼塔纳安装座型②中阶梯光栅交叉分散	①	①	①	①	①	①	②
	分光部①序列型②同步测定型	①	①	①	①	①	①	①
	入射缝隙 (um)	20	20	20	20	20	20	次数侧 1000; 分散侧 100
	出口分析 (um)	30	30	30	30	30	30	35
	焦点距离(m)	1	1	1	1	1	1	0.8
	逆线分散(nm/mm)	0.22	0.15	0.15	0.15	0.44	0.15	0.031
4 装置·操作条件	B 测定波长 (nm) ①182.59②182.64③208.89④208.96⑤249.68⑥249.77	②④⑤	①②③④⑤⑥	①②③④⑤⑥	①②③④⑤⑥	①②③⑤	①②③④⑤⑥	⑤
	波长决定法①固定②试样溶液的峰值探索	①	①	②	①	①	①	①
	内标准元素波长 (nm)	Y;371.03 nm	Y;371.03 nm	Y;371.03 nm	Y;371.03 nm	Y;371.03 nm	Y;371.03 nm	—
	内标准元素浓度 (mg/mL)	1	1	1	1	1	1	—
	内标准元素的添加量(mL)	10	10	15	10	10	5	—
	有无背景补偿	无	无	无	无	无	无	无
	等离子气体流量 (L/min)	14	14	15	14	14	14	14
	辅助 (冷却介质) 气体流量 (L/min)	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2	0.5
	载体气体流量 (L/min)	1	0.7	1	1	1	0.7	0.4
	肃清气体流量 (L/min)	3.5	3.5	3.5	3.5	3.5	3.5	—
	测光位置(线圈上)(mm)	15	15	15	11	15	11	10
	试样吸入量 (mL/min)	2	2	1	3.6	2	1	-
	预计吸入时间(sec)	40	30 (微量 60)	60	40	45 (微量 45)	65	20
	积分时间(sec)	12	5 sec×3 次	10	5	5	5	15
	洗净液的种类	纯水	盐酸 (1+25) 界面活性剂	盐酸 (1+19)	0.3N 盐酸	盐酸 (1+4) + 洗剂	蒸馏水	纯水
	清洁时间 (sec)	70	90 (微量 90)	120 (高浓度 240)	30	120 (微量 150)	35	20
	标准化频度 (试样数/次)	-	无	20	5	10	一天/1 次	3
试剂种类	盐酸 (①特级②B 分析用)	②	①	①	①	②	①	①
	硝酸 (①特级②B 分析用)	②	②	①	①	②	①	①
	硫酸 (①特级②B 分析用)	②	①	电子工业用	①	②	①	①
	磷酸 (①特级②B 分析用)	②	①	②	①	①	①	①
	碳酸钠 (①特级②B 分析用)	0.9998	容量分析用	①	Meruku 生产的最优频	②	99.999%	①
	铁	JSS001-5	JSS001-5	JSS001-5	JSS001-3	JSS001-5	JSS001-5	昭和电工社制

依据著作法，禁止无故复制，转载等。

解说表 2—硼分析线的共存元素的影响调查结果

波長 (nm)		Fe	Cr	Ni	Mo	Cu	Mn	V	S	Na
182.59	有效比 ^{a)}	3/4	3/4	2/4	1/4	0/4	2/4	1/4	4/4	1/4
	影響係數 ^{b)}	0.13~ 0.26	0.13~ 0.26	0.13~ 0.26	0.09	0	1.3~2.5	1.5	45~82	-3.7
182.64	有效比率 ^{a)}	5/7	4/7	5/7	5/7	1/7	2/7	2/7	7/7	2/7
	影響係數 ^{b)}	0.06~ 0.14	0.07~ 0.29	0.03~ 0.68	0.1~3.0	0.36	0.21~ 0.33	2~50	106~ 2 400	-1.1~ 1.2
208.89	有效比率 ^{a)}	2/2	2/2	2/2	2/2	0/2	2/2	1/2	1/2	0/2
	影響係數 ^{b)}	0.56~ 0.87	0.25~ 0.76	2~19	0.39~ 0.62	0	1.4~5.8	0.96	7.4	0
208.96	有效比率 ^{a)}	5/5	3/5	3/5	5/5	1/5	2/5	1/5	3/5	3/5
	影響係數 ^{b)}	0.09~ 0.23	0.14~ 0.54	0.06~ 0.91	59~247	0.62	0.26~ 0.79	0.38	0.7~5.1	-5.2~ 5.7
249.68	有效比率 ^{a)}	6/7	7/7	4/7	3/7	0/7	1/7	1/7	4/7	2/7
	影響係數 ^{b)}	0.13~ 0.26	0.07~ 2.1	0.06~ 0.77	0.3~10	0	0.21	0.60	0.9~3.9	-3.5~ 1.6
249.77	有效比率 ^{a)}	3/3	0/3	0/3	0/3	0/3	0/3	0/3	1/3	0/3
	影響係數 ^{b)}	1.2~27	0	0	0	0	0	0	0.7	0
注 ^{a)} 有效判定事業所數/調査事業所數										
注 ^{b)} B 影響量 (μg/g)/共存元素量 [質量分率 (%)] (有效事業所的影响系数范围)										

解说表 3—精度调查共同实验结果（硼质量比 0.01% 以上）

单位： 质量比（%）

実験所	Sample No. 1		Sample No. 2		BAS287-1 (0.89 %)		HC39013 (0.101 %)		HC39014 (0.049 %)		JSS175-7 (0.0102 %)	
L ₁	1.587	1.582	1.211	1.210	0.922	0.919	0.1017	0.1031	0.0484	0.0478	0.0102	0.0100
	1.573		1.213		0.922		0.0993		0.0481		0.0100	
L ₂	1.614	1.599	1.216	1.212	0.925	0.923	0.1001	0.1032	0.0482	0.0483	0.0107	0.0100
	1.607		1.222		0.929		0.0994		0.0486		0.0100	
L ₃	1.567	1.565	1.157	1.194	0.922	0.911	0.1020	0.1010	0.0472	0.0479	0.0103	0.0105
	1.579		1.189		0.914		0.1019		0.0483		0.0103	
L ₄	1.623	1.636	1.235	1.218	0.943	0.935	0.1009	0.0994	0.0480	0.0480	0.0102	0.0101
	1.619		1.223		0.953		0.1033		0.0470		0.0101	
L ₅	1.582	1.624	1.194	1.212	0.911	0.933	0.1003	0.1014	0.0449	0.0461	0.0093	0.0101
	1.586		1.183		0.917		0.0989		0.0437		0.0092	
L ₆	1.610	1.618	1.211	1.217	0.928	0.921	0.1031	0.1005	0.0491	0.0499	0.0101	0.0101
	1.628		1.208		0.929		0.1038		0.0489		0.0100	
L ₇	1.597	1.614	1.207	1.202	0.924	0.922	0.1046	0.0986	0.0511	0.0475	0.0110	0.0100
	1.612		1.226		0.920		0.1024		0.0508		0.0105	
L ₈	1.589	1.581	1.212	1.207	0.903	0.914						
	1.582		1.207		0.910							
平均値	1.6017		1.2037		0.9242		0.10158		0.04819		0.01025	
併行精度	0.0082		0.0127		0.0038		0.00121		0.00070		0.00030	
室内 再現精度	0.0143		0.0140		0.0077		0.00207		0.00083		0.00032	
室間 再現精度	0.0239		0.0205		0.0092		0.00209		0.00124		0.00045	

解 8

依据著作法，禁止无故复制，转载等。

解说表 3—精度调查共同实验结果（硼质量比 0.01% 以下）

单位: ug/g

实验所	JSS361-1 (0.0009 %)		JSS362-1 (0.0018 %)		JSS363-1 (0.0027 %)		JSS364-1 (0.0045 %)		JSS174-7 (0.0076 %)		JSS175-7 (0.0102 %)	
L ₁	9.0 9.6	8.9	19.0 19.3	18.7	29.5 28.2	28.8	47.8 48.6	48.4	78.2 76.7	79.1	103.9 104.2	104.0
L ₂	10.5 8.6	7.3	16.8 15.0	14.5	26.6 25.2	23.9	45.8 44.9	44.2	74.8 72.2	72.9	102.4 103.9	102.2
L ₃	8.2 6.8	6.6	18.5 17.5	17.2	28.2 28.0	27.9	46.7 47.2	46.3	75.2 75.5	75.0	103.2 102.7	105.3
L ₄	9.3 9.4	10.0	20.8 19.4	19.5	29.5 28.4	29.1	48.3 47.6	48.2	79.4 78.4	77.6	103.1 103.8	104.6
L ₅	10.2 10.1	9.9	18.8 18.6	17.9	29.2 28.7	28.7	49.6 48.9	48.6	77.3 78.1	79.0	105.3 103.0	105.7
L ₆	10.6 10.6	10.9	19.2 19.7	18.4	26.1 27.9	27.7	44.2 46.4	44.4	74.6 74.2	74.5	103.0 102.8	102.2
L ₇	8.4 7.7	4.4	19.3 16.9	18.2	26.8 27.8	23.3	41.4 45.3	44.4	76.5 75.3	74.1	103.2 104.3	102.1
平均值	8.87		18.34		27.58		46.53		76.10		103.55	
併行精度	0.70		1.09		0.81		1.29		0.95		0.83	
室内 再現精度	1.31		1.09		1.28		1.29		0.96		1.05	
室間 再現精度	1.73		1.53		1.77		2.38		2.19		1.07	

解 9

依据著作法，禁止无故复制，转载等。