高纯铪化学分析方法

痕量杂质元素的测定

辉光放电质谱法

**编 制 说 明**

国标（北京）检验认证有限公司

2018年8月

《**高纯铪化学分析方法 痕量杂质元素的测定 辉光放电质谱法**》

**行业标准编制说明**

1、工作简况

1.1 立项的目的和意义

金属铪是重要的核能材料，因为其具有较高的中子截面，且在水、钠、氦等介质中具有良好的耐蚀性能，适宜的力学性能、焊接和加工性能等，可吸收核反应堆的热中子而用于控制核反应堆的反应速度。铪80％以上用做核动力堆的堆芯结构材料，是发展核电、核动力装置不可替代的核心材料。铪也是金属材料重要的合金添加剂，是军工领域和重要高新技术产业部门不可缺少的材料，广泛应用于核能、信息产业、生物工程、医疗器械、冶金、石油化工和航空航天等领域。

金属铪中除了含有较高含量的锆，通常还会含有铁、锰、铝、钠、铜等杂质元素。这些杂质的存在直接关系到铪产品的品位及其应用，应当引起我们的重视。目前高纯铪的产品标准（项目计划编号：工信厅科[2016] 58号 2016-200T-YS）基本完成，处于报批阶段，该产品标准要求对高纯铪中的Ag、Al、Bi、Ca、Cd、Cl、Co、Cr、Cu、Fe、Ir、K、Mg、Mn、Mo、Na、Nb、Ni、P、Pb、Pt、S、Sb、Sc、Si、Sn、Ta、Th、Ti、U、V、W、Zn等杂质元素进行分析，因此建立高纯铪中杂质元素的化学分析方法提上了日程。本标准旨在建立高纯铪的辉光放电质谱分析方法。

1.2 任务来源

根据全国有色金属标准化技术委员会“关于召开《铝用炭素材料检测方法》等69项有色金属标准工作会议的通知”（有色标秘[2017]24号）及相关会议纪要的文件精神，《高纯铪化学分析方法 痕量杂质元素的测定 辉光放电质谱法》由国标（北京）检验认证有限公司负责起草，广东先导稀材股份有限公司、金川集团股份有限公司、昆明冶金研究院作为验证单位协助起草。项目计划编号工信厅科[2017]40号2017-0157T-YS，计划完成年限2019年。

1.3 起草单位

国标（北京）检验认证有限公司是中国权威的第三方检验认证服务机构，隶属于北京有色金属研究总院，管理并运营着国家有色金属及电子材料分析测试中心（1983年由原国家科委批准建立）与国家有色金属质量监督检验中心（1985年由国家质量技术监督局批准建立）。中心于1992年通过计量认证(CMA)，2001年通过中国合格评定国家认可委员会（CNAS）认可，是我国金属及电子材料的权威检测机构，同时是我国有色金属行业分析测试标准的主要起草单位之一。

公司拥有一支基础理论扎实、实践经验丰富的研究和服务队伍，其中教授级高工15名，高级工程师39名，工程师26名。建立了以分析化学、材料力学与表面性能、显微组织结构、无损检测为核心的分析测试服务平台，具备了对产品开展多参数、多尺度、高精度、全成分范围检验评价的能力。拥有辉光放电质谱仪、电感耦合等离子体质谱仪、电感耦合等离子体光谱仪、原子吸收光谱仪、原子荧光光谱仪、超高压电子显微镜、大景深激光共聚焦显微镜、波长色散X射线荧光光谱仪等国内外先进仪器，仪器设备在国内实验室处于领先水平。

1.4 主要工作过程和内容

2017年7月25日～27日全国有色金属标准化技术委员会在天津市组织召开了《铝用炭素材料检测方法》等69项有色金属标准项目会议，会议上确定了标准制定的起草单位和参与验证单位，落实了标准计划项目的进度安排和分工。公共试样由起草单位国标（北京）检验认证有限公司提供。

国标（北京）检验认证有限公司接受任务后，成立了《高纯铪化学分析方法 痕量杂质元素的测定 辉光放电质谱法》标准研究小组，负责完成辉光放电质谱法测定高纯铪样品的相关条件实验及公共样品的测定 。2017年8月，准备了3个铪锭，其中2个作为公共样品，1个供各单位调试仪器使用。

2017年8月~10月，国标（北京）检验认证有限公司完成实验方案的研究工作及相关样品的数据测定，并将研究报告及样品寄给广东先导稀材股份有限公司。2017年12月广东先导稀材股份有限公司完成验证，将样品寄给金川集团股份有限公司。2018年3月金川集团股份有限公司完成验证，将样品寄给昆明冶金研究院。各验证单位收到样品后非常积极的投入到相关实验流程的验证及数据测定工作中，并及时与我单位沟通。截止2018年3月，收到2份验证报告。

2018年4月23日~25日在陕西汉中召开有色标准工作会议，会上对《高纯铪化学分析方法 痕量杂质元素的测定 辉光放电质谱法》进行了讨论。

截止2018年7月，广东先导稀材股份有限公司、金川集团股份有限公司、昆明冶金研究院均顺利完成标准的验证工作。

2018年8月21日~23日在宁夏银川召开有色标准工作会议，会上对《高纯铪化学分析方法 痕量杂质元素的测定 辉光放电质谱法》进行了预审。

2 编写原则和依据

本标准主要参照正在制定过程中的《高纯铪》产品标准，按照使用单位对高纯铪中杂质含量的检测需求为依据进行编制。标准的起草过程中遵循以下原则：

1）普遍适用性原则，试验流程易于掌握，检测范围应满足企业需求；

2）先进性和科学性原则，实验室结果具有可靠性，不同实验室之间的检测结果应具有一致性；

3）规范性原则，本标准是根据GB/T 1.1-2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写规则》和GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的要求进行编写的。

3 主要研究内容

3.1标准题目的确定及其适用范围

本标准是初次制定，之前没有《高纯铪化学分析方法 痕量杂质元素的测定 辉光放电质谱法》的相关标准。本部分的工作内容为高纯铪产品的生产、贸易发挥重要作用。根据产品标准，这里所指的高纯铪是指ωHf+Zr>99.99%且ωZr<0.3%的金属铪。

目前，铪产品相关的分析方法标准为《YS/T 568 氧化锆、氧化铪化学分析方法》系列，该系列涉及铁、硅、铝、钠、钛、磷等杂质元素的分析，主要采用的方法有分光光度法、原子吸收光谱法、电感耦合等离子体光谱法等。方法检出限较高，不能满足高纯铪产品的需求。鉴于高纯铪产品标准中杂质元素的含量要求多为<0.0001%或0.0005%，且要求放射性元素Th和U的含量<0.0001%，经过项目落实会议上与会单位的讨论，决定采用辉光放电质谱法。在标准的制定过程中可以借鉴其它高纯金属的辉光放电分析方法，但基体不同，测试条件及各元素的干扰情况都需要重新研究，需要各起草单位对条件实验进行充分探索，对制定出来的分析方法进行充分论证。

3.2 仪器与试剂

除非另有说明，试验中所用的试剂均为优级纯，所用的水为一级水。

3.2.1 Element GD型辉光放电质谱仪（美国Thermo Fisher 公司）。

3.2.2 无水乙醇。

3.2.3 氢氟酸（1+9）。

3.2.4 氩气（纯度≥99.99%）。

3.2.5 氩气（纯度≥99.999%）

3.3 样品前处理

试样经机械切割加工成长宽厚如下尺寸(20~60 mm)×(20~60 mm)×(1~20) mm的块状试料。样品待测表面在测定前依次用无水乙醇（3.1）和氢氟酸（3.2）依次清洗，用去离子水洗净，吹干或晾干后，装入辉光放电离子源中。

3.4 样品测定

采用20mA电流对样品进行10~20min预溅射，清除表面的污染元素。选定待分析的元素，在每一元素质量数处以预设的扫描点数和积分时间对相应谱峰积分，所得面积即为谱峰强度。元素含量*w*x用下式求出：



式中: *w*x ——待测元素质量分数，单位为微克每千克（μg/Kg）；

RSFx.Hf ——在特定辉光放电条件下测定Hf中X杂质的校正系数，即“典型相对灵敏度因子”；

Ix  ——待测元素X的同位素谱峰强度，cps；

IHf  ——Hf元素的同位素谱峰强度，cps；

Ax  ——待测元素X的同位素丰度；

AHf  ——Hf元素的同位素丰度；

*w*Hf ——Hf的质量分数定义为1.00×109μg/Kg。

预溅射结束后采集数据，计算机根据软件中的“典型相对灵敏度因子”自动计算出各杂质元素的含量。

* 1. 结果与讨论

3.5.1 工作参数

仪器的放电条件直接影响样品的测定，因此需要对离子源的放电气流和放电电流分别进行调谐。通常随着放电电流的增加，元素的灵敏度不断提高，但电流太大会使样品的溅射速率过大，使阳极帽上的沉积物快速增多而过早产生短路现象，从而辉光放电停止。因此，在保证足够灵敏度的前提下，尽量使用较小的放电电流。

在中分辨模式下调谐仪器参数，使Hf180主体峰强度不小于5\*109cps，且峰的对称性良好。调节其它Lenses参数使中分辨率达到4000，在高分辨率分辨率达到10000左右。ELEMENT GD仪器的参数如表1中所示（仅供参考）。

表1 工作参数表1 ELEMENT GD工作参数

|  |  |
| --- | --- |
| 放电电流 | 26.0mA |
| 放电电压 | 1200V |
| 辉光气体流量 | 430.0mL/min |
| 提取电压 | -2000V |
| 聚焦电压 | -1190V |
| X方向聚焦电压 | 0.96V |
| Y方向聚焦电压 | -2.24V |
| 整形电压 | 140V |
| 滤质透镜电压 | 4.00V |

3.5.2 预溅射

经预处理的样品表面仍然存在一定的污染。从样品溅射开始到数据采集仍然需要一个过程，这个过程表现为一些被测元素的含量逐渐降低直至变得稳定。在本实验中采用25mA电流预溅射15min，元素测定值基本趋于稳定，可进行数据采集。

3.5.3 同位素及分辨率选择

对于同位素的选择，尽可能选择干扰小且丰度大的同位素。高纯铪测定中，元素干扰主要来自于放电气体（氩气）形成的多原子离子如Ar的双原子离子对K、Se、Br的干扰；以及基体Hf元素与其它元素形成的多原子离子，如180Hf1H对181Ta的干扰，需要分辨率在25000以上才能完全分开，在10000左右的高分辨模式下有几百ppb的背景干扰。在高纯铪的测定中还存在180Hf13C对193Ir的干扰，179Hf16O对195Pt，179Hf18O对197Au的干扰，分别选择191Ir、198Pt及197Au在高分辨模式下进行测定。

铪样品中经常伴生有一定量的锆，随着其含量的增加，其干扰也会越来越明显，如91Zr16O对107Ag的干扰，因此铪中银的分析选择109Ag进行测定。

综上各待测元素的同位素质量数及分辨率如表2所示：

表2 测定同位素和分辨率选择

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元 素 | 同位素  质量数 | 分辨率 | 元 素 | 同位素  质量数 | 分辨率 | 元 素 | 同位素  质量数 | 分辨率 |
| Li | 7 | 中分辨 | As | 75 | 高分辨 | Sm | 147 | 中分辨 |
| Be | 9 | 中分辨 | Se | 82 | 高分辨 | Eu | 151 | 中分辨 |
| B | 11 | 中分辨 | Br | 79 | 高分辨 | Gd | 157 | 中分辨 |
| F | 19 | 中分辨 | Rb | 85 | 中分辨 | Tb | 159 | 中分辨 |
| Na | 23 | 中分辨 | Sr | 88 | 中分辨 | Dy | 163 | 中分辨 |
| Mg | 24 | 中分辨 | Y | 89 | 中分辨 | Ho | 165 | 中分辨 |
| Al | 27 | 中分辨 | Zr | 91 | 中分辨 | Er | 166 | 中分辨 |
| Si | 28 | 中分辨 | Nb | 93 | 中分辨 | Tm | 169 | 中分辨 |
| P | 31 | 中分辨 | Mo | 95 | 中分辨 | Yb | 172 | 中分辨 |
| S | 32 | 中分辨 | Ru | 101 | 中分辨 | Lu | 175 | 中分辨 |
| Cl | 35 | 中分辨 | Rh | 103 | 中分辨 | Ta | 181 | 高分辨 |
| K | 39 | 高分辨 | Pd | 105 | 中分辨 | W | 184 | 中分辨 |
| Ca | 44 | 中分辨 | Ag | 109 | 中分辨 | Re | 185 | 中分辨 |
| Sc | 45 | 中分辨 | Cd | 114 | 高分辨 | Os | 189 | 中分辨 |
| Ti | 48 | 中分辨 | In | 115 | 中分辨 | Ir | 191 | 高分辨 |
| V | 51 | 中分辨 | Sn | 118 | 中分辨 | Pt | 198 | 高分辨 |
| Cr | 52 | 中分辨 | Sb | 121 | 中分辨 | Au | 197 | 高分辨 |
| Mn | 55 | 中分辨 | Te | 128 | 中分辨 | Hg | 202 | 中分辨 |
| Fe | 56 | 中分辨 | I | 127 | 中分辨 | Tl | 203 | 中分辨 |
| Co | 59 | 中分辨 | Cs | 133 | 中分辨 | Pb | 208 | 中分辨 |
| Ni | 60 | 中分辨 | Ba | 138 | 中分辨 | Bi | 209 | 高分辨 |
| Cu | 63 | 中分辨 | La | 139 | 中分辨 | Th | 232 | 中分辨 |
| Zn | 66 | 中分辨 | Ce | 140 | 中分辨 | U | 238 | 中分辨 |
| Ga | 71 | 高分辨 | Pr | 141 | 中分辨 |  |  |  |
| Ge | 72 | 高分辨 | Nd | 146 | 中分辨 |  |  |  |

3.5.4 样品测定

在选定的仪器条件下，1#、2#铪样品分别溅射15min，待测元素测定数据趋于稳定后平行测定7次数据。

表3 1#铪样品测定数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 待测元素 |  | | 测定值(mg/kg) | | | | | | 平均值  (mg/kg) | STD | RSD% |
| 1 | 2 | | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Li7(MR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0.0015 | 0 | 0 | 0.0002 | 0.0006 | 264.6 |
| Be9(MR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | —— |
| B11(MR) | 0.0068 | 0.0073 | | 0.0111 | 0.0106 | 0.0100 | 0.0078 | 0.0081 | 0.0088 | 0.0017 | 19.5 |
| F19(MR) | 0.0582 | 0.0458 | | 0.0581 | 0.0535 | 0.0474 | 0.0504 | 0.0457 | 0.0513 | 0.0054 | 10.6 |
| Na23(MR) | 0.0125 | 0.0109 | | 0.012 | 0.0138 | 0.0141 | 0.0087 | 0.0095 | 0.0116 | 0.0021 | 17.7 |
| Mg24(MR) | 0.0040 | 0.0052 | | 0.0018 | 0.0009 | 0.0009 | 0.0008 | 0.0024 | 0.0023 | 0.0017 | 75.2 |
| Al27(MR) | 0.0188 | 0.0218 | | 0.0233 | 0.0178 | 0.0159 | 0.0116 | 0.0166 | 0.0180 | 0.0039 | 21.6 |
| Si28(MR) | 0.5282 | 0.5463 | | 0.4979 | 0.4433 | 0.4778 | 0.4490 | 0.4219 | 0.4806 | 0.0461 | 9.6 |
| P31(MR) | 0.0108 | 0.0064 | | 0.0124 | 0.0134 | 0.0054 | 0.007 | 0.011 | 0.0095 | 0.0032 | 33.4 |
| S32(MR) | 0.2264 | 0.2875 | | 0.3314 | 0.3107 | 0.2991 | 0.2623 | 0.3098 | 0.2896 | 0.0352 | 12.2 |
| Cl35(MR) | 0.0847 | 0.091 | | 0.0697 | 0.0627 | 0.0488 | 0.0525 | 0.0445 | 0.0648 | 0.0179 | 27.7 |
| K39(HR) | 0.0485 | 0.046 | | 0.0425 | 0.0384 | 0.053 | 0.0388 | 0.0422 | 0.0442 | 0.0053 | 12.0 |
| Ca44(MR) | 0.0073 | 0.0039 | | 0.0059 | 0 | 0.0040 | 0.0041 | 0 | 0.0036 | 0.0028 | 76.4 |
| Sc45(MR) | 0 | 0.0021 | | 0 | 0.0006 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0009 | 0.0006 | 0.0007 | 122.5 |
| Ti48(MR) | 0.0582 | 0.062 | | 0.0666 | 0.0605 | 0.0653 | 0.0556 | 0.0664 | 0.0621 | 0.0043 | 6.9 |
| V51(MR) | 0.0018 | 0.001 | | 0.0002 | 0.0013 | 0.0015 | 0.001 | 0.0008 | 0.0011 | 0.0005 | 47.7 |
| Cr52(MR) | 0.026 | 0.0244 | | 0.0343 | 0.0421 | 0.0403 | 0.0301 | 0.0299 | 0.0324 | 0.0068 | 20.9 |
| Mn55(MR) | 0.0094 | 0.0069 | | 0.0037 | 0.002 | 0.0037 | 0.0024 | 0.002 | 0.0043 | 0.0028 | 65.6 |
| Fe56(MR) | 1.3628 | 1.1958 | | 1.2024 | 1.1835 | 1.1562 | 1.1977 | 1.168 | 1.2095 | 0.0697 | 5.8 |
| Co59(MR) | 0.0075 | 0.0094 | | 0.0072 | 0.0055 | 0.0077 | 0.01 | 0.0063 | 0.0077 | 0.0016 | 20.8 |
| Ni60(MR) | 0.1708 | 0.2017 | | 0.1697 | 0.1537 | 0.1552 | 0.178 | 0.1856 | 0.1735 | 0.0169 | 9.7 |
| Cu63(MR) | 0.1071 | 0.0798 | | 0.0372 | 0.0511 | 0.0457 | 0.0237 | 0.0584 | 0.0576 | 0.0280 | 48.6 |
| Zn66(MR) | 0.0059 | 0.004 | | 0.0063 | 0 | 0 | 0.0066 | 0 | 0.0033 | 0.0032 | 96.9 |
| Ga71(HR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | —— |
| Ge72(HR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | —— |
| As75(HR) | 0.0047 | 0.003 | | 0 | 0 | 0.0058 | 0 | 0 | 0.0019 | 0.0025 | 131.7 |
| Se77(HR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.0000 | —— |
| Br79(HR) | 0.009 | 0.004 | | 0 | 0.0021 | 0 | 0 | 0.0024 | 0.0025 | 0.0033 | 130.0 |
| Rb85(MR) | 0 | 0 | | 0.0006 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.0001 | 0.0002 | 264.6 |
| Sr88(MR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | —— |
| Y89(MR) | 0 | 0.0002 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.0001 | 264.6 |
| Zr91(MR) | 353.2851 | 369.1469 | | 366.3799 | 363.0732 | 354.9948 | 357.3753 | 360.3136 | 360.6527 | 5.8873 | 1.6 |
| Nb93(MR) | 0.0089 | 0.0099 | | 0.0124 | 0.0105 | 0.0101 | 0.0117 | 0.0103 | 0.0105 | 0.0012 | 11.1 |
| Mo95(MR) | 0.0902 | 0.0706 | | 0.0821 | 0.0642 | 0.0775 | 0.0972 | 0.0927 | 0.0821 | 0.0121 | 14.8 |
| Ru101(HR) | 0.0019 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.0003 | 0.0007 | 264.6 |
| Rh103(HR) | 0.0069 | 0.0006 | | 0.0012 | 0.0007 | 0.0013 | 0.0007 | 0.0007 | 0.0017 | 0.0023 | 132.9 |
| Pd105(HR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | —— |
| Ag109(MR) | 0.1282 | 0.1122 | | 0.1063 | 0.1236 | 0.0591 | 0.0653 | 0.0641 | 0.0941 | 0.0302 | 32.1 |
| Cd114(HR) | 0 | 0.0064 | | 0 | 0 | 0.0013 | 0 | 0.0028 | 0.0015 | 0.0024 | 160.4 |
| In115(MR) | 0.0043 | 0.0022 | | 0.0022 | 0.0035 | 0.0036 | 0.0055 | 0.0055 | 0.0038 | 0.0014 | 35.8 |
| Sn118(MR) | 0 | 0 | | 0 | 0.0026 | 0 | 0.0026 | 0 | 0.0007 | 0.0013 | 170.8 |
| Sb121(MR) | 0.0072 | 0.0039 | | 0.0117 | 0.0041 | 0.0039 | 0.0123 | 0 | 0.0062 | 0.0045 | 73.2 |
| Te128(MR) | 0 | 0.0051 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.0028 | 0.0011 | 0.0020 | 180.6 |
| I127(MR) | 0.0025 | 0.0014 | | 0.0009 | 0.0029 | 0.0005 | 0.0014 | 0.0005 | 0.0014 | 0.0009 | 65.2 |
| Cs133(MR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | —— |
| Ba138(MR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | —— |
| La139(MR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | —— |
| Ce140(MR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | —— |
| Pr141(MR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | —— |
| Nd146(MR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | —— |
| Sm147(MR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | —— |
| Eu153(MR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | —— |
| Gd157(MR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | —— |
| Tb159(MR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | —— |
| Dy163(MR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | —— |
| Ho165(MR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | —— |
| Er166(MR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | —— |
| Tm169(MR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | —— |
| Yb172(MR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | —— |
| Lu175(MR) | 0.0031 | 0.0028 | | 0.0029 | 0.0030 | 0.0023 | 0.0032 | 0.0017 | 0.0027 | 0.0005 | 19.7 |
| Ta181(HR) | 0.2995 | 0.299 | | 0.3012 | 0.3927 | 0.3915 | 0.3601 | 0.3354 | 0.3399 | 0.0422 | 12.4 |
| W182(MR) | 0.0421 | 0.0318 | | 0.0529 | 0.0330 | 0.0437 | 0.0404 | 0.0421 | 0.0409 | 0.0071 | 17.3 |
| Re185(MR) | 0.0045 | 0.0028 | | 0.0071 | 0.0075 | 0.0084 | 0.0037 | 0.0013 | 0.0050 | 0.0027 | 52.9 |
| Os189(MR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.0000 | 0 | —— |
| Ir191(HR) | 0.0925 | 0.0265 | | 0.1244 | 0.0201 | 0.0461 | 0.0961 | 0.1097 | 0.0736 | 0.0420 | 57.0 |
| Pt198(HR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | —— |
| Au197(HR) | 0.0247 | 0.0129 | | 0.0081 | 0.0109 | 0.0116 | 0.0165 | 0.0275 | 0.0213 | 0.0153 | 71.7 |
| Hg202(MR) | 0.0173 | 0.0079 | | 0.008 | 0.0085 | 0.0135 | 0.0056 | 0.0088 | 0.0099 | 0.0040 | 40.4 |
| Tl203(MR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0.006 | 0.006 | 0.0017 | 0.0029 | 170.8 |
| Pb208(MR) | 0.0035 | 0.0106 | | 0.0059 | 0.0013 | 0.0012 | 0.0062 | 0.0091 | 0.0054 | 0.0036 | 67.5 |
| Bi209(HR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | —— |
| Th232(MR) | 0 | 0.0005 | | 0 | 0 | 0.0002 | 0 | 0 | 0.0001 | 0.0002 | 191.5 |
| U238(MR) | 0.002 | 0.0018 | | 0.0015 | 0.0029 | 0.0019 | 0.0019 | 0.0014 | 0.0019 | 0.0005 | 25.5 |

表4 2#铪样品测定数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 待测元素 |  | | 测定值(mg/kg) | | | | | | 平均值  (mg/kg) | STD | RSD% |
| 1 | 2 | | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Li7(MR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | —— |
| Be9(MR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | —— |
| B11(MR) | 0.0025 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.0004 | 0.0009 | 264.6 |
| F19(MR) | 0.049 | 0.0501 | | 0.0554 | 0.0486 | 0.052 | 0.0358 | 0.0453 | 0.0480 | 0.0062 | 13.0 |
| Na23(MR) | 0.0126 | 0.0072 | | 0.0054 | 0.0055 | 0.0022 | 0.0051 | 0.0047 | 0.0061 | 0.0032 | 52.9 |
| Mg24(MR) | 0 | 0 | | 0.0011 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.0002 | 0.0004 | 264.6 |
| Al27(MR) | 0.3203 | 0.3258 | | 0.2515 | 0.2919 | 0.2803 | 0.3175 | 0.3100 | 0.2996 | 0.0267 | 8.9 |
| Si28(MR) | 0.117 | 0.1433 | | 0.1341 | 0.1138 | 0.1052 | 0.0929 | 0.073 | 0.1113 | 0.0239 | 21.5 |
| P31(MR) | 0.0032 | 0.0025 | | 0.0074 | 0.0034 | 0.0043 | 0.0053 | 0.0036 | 0.0042 | 0.0017 | 38.9 |
| S32(MR) | 0.1341 | 0.1736 | | 0.1652 | 0.1828 | 0.1387 | 0.1581 | 0.1911 | 0.1634 | 0.0214 | 13.1 |
| Cl35(MR) | 0.0471 | 0.0385 | | 0.0358 | 0.0319 | 0.0396 | 0.0377 | 0.0328 | 0.0376 | 0.0051 | 13.5 |
| K39(HR) | 0.0247 | 0.0169 | | 0.0207 | 0.0248 | 0.0295 | 0.0354 | 0.0209 | 0.0247 | 0.0062 | 25.0 |
| Ca44(MR) | 0.0048 | 0 | | 0 | 0 | 0.0025 | 0 | 0 | 0.0010 | 0.0019 | 182.3 |
| Sc45(MR) | 0 | 0.0017 | | 0.0007 | 0.001 | 0.0038 | 0.0007 | 0.0015 | 0.0013 | 0.0012 | 90.9 |
| Ti48(MR) | 0.5755 | 0.5754 | | 0.594 | 0.5869 | 0.5552 | 0.6027 | 0.6084 | 0.5854 | 0.0183 | 3.1 |
| V51(MR) | 0.0027 | 0.0047 | | 0.0018 | 0.0031 | 0.0013 | 0.0049 | 0.003 | 0.0031 | 0.0013 | 43.9 |
| Cr52(MR) | 0.1671 | 0.1542 | | 0.1486 | 0.1531 | 0.1853 | 0.1606 | 0.161 | 0.1614 | 0.0122 | 7.5 |
| Mn55(MR) | 0.0017 | 0.0018 | | 0.0017 | 0.0017 | 0.0024 | 0.003 | 0.0006 | 0.0018 | 0.0007 | 40.0 |
| Fe56(MR) | 3.6947 | 3.7846 | | 3.6695 | 3.6709 | 3.6689 | 3.8585 | 3.9464 | 3.7562 | 0.1108 | 2.9 |
| Co59(MR) | 0.0017 | 0.003 | | 0.0012 | 0.0054 | 0.0037 | 0.0019 | 0.0045 | 0.0031 | 0.0016 | 51.1 |
| Ni60(MR) | 0.0706 | 0.0402 | | 0.0556 | 0.0533 | 0.0479 | 0.0729 | 0.057 | 0.0568 | 0.0117 | 20.6 |
| Cu63(MR) | 0.0352 | 0.0266 | | 0.0419 | 0.0325 | 0.0459 | 0.0339 | 0.0499 | 0.0380 | 0.0082 | 21.6 |
| Zn66(MR) | 0.0076 | 0.008 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.0022 | 0.0038 | 170.9 |
| Ga71(HR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | —— |
| Ge72(HR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | —— |
| As75(HR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | —— |
| Se77(HR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | —— |
| Br79(HR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0.003 | 0.0032 | 0.0033 | 0.0014 | 0.0017 | 124.9 |
| Rb85(MR) | 0 | 0 | | 0 | 0.0008 | 0 | 0 | 0 | 0.0001 | 0.0003 | 264.6 |
| Sr88(MR) | 0.0007 | 0 | | 0 | 0 | 0.0004 | 0 | 0.0004 | 0.0002 | 0.0003 | 133.2 |
| Y89(MR) | 0.0003 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0.0003 | 0 | 0.0001 | 0.0001 | 170.8 |
| Zr91(MR) | 455.0957 | 449.9138 | | 441.1139 | 449.0532 | 447.2343 | 451.7725 | 446.5233 | 448.6724 | 4.4040 | 1.0 |
| Nb93(MR) | 0 | 0.0008 | | 0.0004 | 0 | 0 | 0.0012 | 0 | 0.0003 | 0.0005 | 141.7 |
| Mo95(MR) | 0.0064 | 0.0067 | | 0 | 0.0066 | 0.0035 | 0.0069 | 0.0036 | 0.0048 | 0.0026 | 53.6 |
| Ru101(HR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.0000 | 0.0000 | —— |
| Rh103(HR) | 0.0008 | 0.0024 | | 0.0015 | 0.0016 | 0 | 0.0024 | 0.0008 | 0.0014 | 0.0009 | 65.3 |
| Pd105(HR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | —— |
| Ag109(MR) | 0.0177 | 0.0463 | | 0.0271 | 0.0414 | 0.0255 | 0.0192 | 0.0398 | 0.0310 | 0.0114 | 36.8 |
| Cd114(HR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | —— |
| In115(MR) | 0.001 | 0.0039 | | 0.0031 | 0.0035 | 0.0043 | 0.0033 | 0.0045 | 0.0034 | 0.0012 | 34.5 |
| Sn118(MR) | 0 | 0.0031 | | 0.0048 | 0.0029 | 0 | 0.0016 | 0 | 0.0018 | 0.0019 | 107.2 |
| Sb121(MR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | —— |
| Te128(MR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | —— |
| I127(MR) | 0 | 0.0023 | | 0.0011 | 0.0012 | 0.0012 | 0.0006 | 0.0025 | 0.0013 | 0.0009 | 69.4 |
| Cs133(MR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | —— |
| Ba138(MR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | —— |
| La139(MR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | —— |
| Ce140(MR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.0005 | 0.0001 | 0.0002 | 264.6 |
| Pr141(MR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | —— |
| Nd146(MR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | —— |
| Sm147(MR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | —— |
| Eu153(MR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | —— |
| Gd157(MR) | 0 | 0.0025 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.0004 | 0.0009 | 264.6 |
| Tb159(MR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | —— |
| Dy163(MR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | —— |
| Ho165(MR) | 0 | 0.0005 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.0001 | 0.0002 | 264.6 |
| Er166(MR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | —— |
| Tm169(MR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.0009 | 0.0001 | 0.0003 | 264.6 |
| Yb172(MR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | —— |
| Lu175(MR) | 0.004 | 0.002 | | 0.002 | 0 | 0.0031 | 0.0011 | 0.0045 | 0.0024 | 0.0016 | 66.8 |
| Ta181(HR) | 0.2006 | 0.1948 | | 0.1907 | 0.2093 | 0.2069 | 0.1906 | 0.1618 | 0.1935 | 0.0158 | 8.2 |
| W182(MR) | 0.0119 | 0.0114 | | 0.0083 | 0.0056 | 0.0058 | 0.0126 | 0.0194 | 0.0107 | 0.0048 | 44.6 |
| Re185(MR) | 0 | 0.0015 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.0002 | 0.0006 | 264.6 |
| Os189(MR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0.0042 | 0 | 0.0006 | 0.0016 | 264.6 |
| Ir191(HR) | 0.016 | 0.0548 | | 0.0464 | 0.078 | 0.0334 | 0.0651 | 0.0372 | 0.0473 | 0.0208 | 44.0 |
| Pt198(HR) | 0 | 0 | | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | —— |
| Au197(HR) | 0.0319 | 0.0042 | | 0.0304 | 0.03 | 0.0267 | 0.0124 | 0.0294 | 0.0236 | 0.0108 | 45.9 |
| Hg202(MR) | 0.0065 | 0.0136 | | 0.0033 | 0.0067 | 0.0069 | 0.0035 | 0.0036 | 0.0063 | 0.0036 | 57.2 |
| Tl203(MR) | 0 | 0.0080 | | 0 | 0.0079 | 0.0034 | 0.0083 | 0.0075 | 0.0050 | 0.0038 | 76.0 |
| Pb208(MR) | 0.0014 | 0 | | 0 | 0.0015 | 0 | 0.0031 | 0 | 0.0009 | 0.0012 | 140.3 |
| Bi209(HR) | 0.0033 | 0 | | 0.0019 | 0.0022 | 0 | 0.0018 | 0.0018 | 0.0016 | 0.0012 | 75.9 |
| Th232(MR) | 0 | 0 | | 0.0002 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.0001 | 264.6 |
| U238(MR) | 0.0094 | 0.0084 | | 0.0084 | 0.0076 | 0.0074 | 0.0089 | 0.0104 | 0.0086 | 0.0010 | 12.0 |

3.5.5 验证结果

按照标准工作的安排，广东先导稀材股份有限公司、金川集团股份有限公司、昆明冶金研究院对标准内容进行了验证，并对公共样品中各杂质元素的含量进行了测定。表5、表6为广东先导稀材股份有限公司测试结果；。

表5 1#铪样品测定数据（广东先导稀材股份有限公司）

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 待测元素 |  |  |  |  |  |  |  | 平均值 | STD | RSD% |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | (mg/kg) |
| Li7(MR) | 0.0014 | 0.0009 | 0.0009 | 0.0009 | 0 | 0 | 0 | 0.001 | 0.0002 | 22.773 |
| Be9(MR) | 0.0016 | 0.0011 | 0.0011 | 0.0011 | 0 | 0 | 0 | 0.0012 | 0.0003 | 22.773 |
| B11(MR) | 0.015 | 0.0125 | 0.0073 | 0.0073 | 0 | 0 | 0 | 0.0105 | 0.0039 | 36.775 |
| F19(MR) | 0.0049 | 0.0043 | 0.0033 | 0.0032 | 0.0034 | 0 | 0 | 0.0038 | 0.0008 | 20.094 |
| Na23(MR) | 0.0105 | 0.0076 | 0.0077 | 0.0067 | 0.009 | 0.0103 | 0.0116 | 0.0091 | 0.0018 | 20.026 |
| Mg24(MR) | 0.0011 | 0.0005 | 0.0007 | 0.0007 | 0.0005 | 0.0018 | 0.0005 | 0.0008 | 0.0005 | 56.726 |
| Al27(MR) | 0.1494 | 0.1758 | 0.1917 | 0.1414 | 0.1451 | 0.1446 | 0.1517 | 0.1571 | 0.0191 | 12.126 |
| Si28(MR) | 1.082 | 1.0551 | 1.0523 | 1.0087 | 1.0978 | 1.1019 | 1.1926 | 1.0843 | 0.0575 | 5.3 |
| P31(MR) | 0.0162 | 0.027 | 0.0194 | 0.0238 | 0.0186 | 0.0206 | 0.017 | 0.0204 | 0.0038 | 18.817 |
| S32(MR) | 0.1339 | 0.1415 | 0.1493 | 0.1604 | 0.1596 | 0.1512 | 0.1364 | 0.1475 | 0.0106 | 7.192 |
| Cl35(MR) | 0.0609 | 0.0302 | 0.0141 | 0.0061 | 0.0064 | 0 | 0 | 0.0089 | 0.0045 | 50.668 |
| K39(MR) | 0.0202 | 0.016 | 0.0092 | 0.0107 | 0 | 0 | 0 | 0.014 | 0.0051 | 36.087 |
| Ca44(MR) | 0.0096 | 0.0041 | 0.0084 | 0.0096 | 0.01 | 0.0045 | 0.0045 | 0.0072 | 0.0027 | 37.737 |
| Sc45(MR) | 0.711 | 0.697 | 0.7267 | 0.7144 | 0.6983 | 0.707 | 0.7411 | 0.7136 | 0.0157 | 2.205 |
| Ti48(MR) | 0.6769 | 0.6857 | 0.6981 | 0.6909 | 0.7007 | 0.7213 | 0.735 | 0.7012 | 0.0204 | 2.905 |
| V51(MR) | 0.0051 | 0.0061 | 0.0046 | 0.0053 | 0.0053 | 0.006 | 0.007 | 0.0056 | 0.0008 | 14.287 |
| Cr52(MR) | 0.1724 | 0.1707 | 0.1606 | 0.151 | 0.1536 | 0.1526 | 0.1508 | 0.1588 | 0.0093 | 5.859 |
| Mn55(MR) | 0.0018 | 0.0051 | 0.0027 | 0.0018 | 0.0038 | 0.0042 | 0.0026 | 0.0031 | 0.0012 | 39.639 |
| Fe56(MR) | 4.9812 | 4.8912 | 5.0846 | 4.8572 | 5.1332 | 5.3066 | 5.4908 | 5.1064 | 0.2284 | 4.473 |
| Co59(MR) | 0.041 | 0.04 | 0.039 | 0.041 | 0.034 | 0.044 | 0.041 | 0.04 | 0.003 | 7.23 |
| Ni60(MR) | 0.704 | 0.728 | 0.709 | 0.693 | 0.747 | 0.705 | 0.712 | 0.714 | 0.018 | 2.5 |
| Cu63(MR) | 0.0431 | 0.0392 | 0.0441 | 0.0486 | 0.0548 | 0.0389 | 0.0443 | 0.0447 | 0.0055 | 12.381 |
| Zn64(MR) | 0.0405 | 0.0409 | 0.053 | 0.06 | 0.0548 | 0.0585 | 0.0569 | 0.0521 | 0.0081 | 15.573 |
| Ga69(MR) | 0.0119 | 0.0075 | 0.0122 | 0.0152 | 0.0141 | 0.0209 | 0.0065 | 0.0126 | 0.0049 | 38.551 |
| Ge70(MR) | 0.0048 | 0.0049 | 0.0025 | 0.0062 | 0.0051 | 0.0031 | 0.0091 | 0.0051 | 0.0022 | 42.492 |
| As75(MR) | 0.0044 | 0.0044 | 0.0045 | 0.0025 | 0.0053 | 0.004 | 0.0082 | 0.0047 | 0.0017 | 36.353 |
| Br79(MR) | 0.0174 | 0.0108 | 0.0104 | 0.0108 | 0 | 0 | 0 | 0.0124 | 0.0034 | 27.142 |
| Se82(MR) | 0.117 | 0.0284 | 0.0313 | 0.0299 | 0 | 0 | 0 | 0.0517 | 0.0436 | 84.37 |
| Rb85(MR) | 0.0035 | 0.003 | 0.0033 | 0.0023 | 0 | 0 | 0 | 0.003 | 0.0005 | 16.846 |
| Sr88(MR) | 0.0037 | 0.0028 | 0.0026 | 0.0031 | 0 | 0 | 0 | 0.0031 | 0.0004 | 14.72 |
| Y89(MR) | 0.0029 | 0.0027 | 0.0029 | 0.0032 | 0.0039 | 0.0034 | 0.0028 | 0.0031 | 0.0004 | 14.294 |
| Zr90(MR) | 2745.958 | 2775.7 | 2846.85 | 2828.33 | 2694.28 | 3002.19 | 3098.42 | 2855.96 | 144.74 | 5.068 |
| Nb93(MR) | 0.094 | 0.0904 | 0.0984 | 0.0865 | 0.081 | 0.0878 | 0.0945 | 0.0904 | 0.0058 | 6.461 |
| Mo95(MR) | 0.578 | 0.5997 | 0.5614 | 0.6043 | 0.6915 | 0.6456 | 0.6389 | 0.6171 | 0.0446 | 7.224 |
| Ru102(MR) | 0.0046 | 0.0037 | 0.0028 | 0.0047 | 0.0046 | 0 | 0 | 0.0041 | 0.0008 | 19.488 |
| Rh103(MR) | 0.0024 | 0.005 | 0.0041 | 0.0032 | 0.002 | 0.0034 | 0.0038 | 0.0034 | 0.001 | 29.383 |
| Pd105(MR) | 0.0088 | 0.0053 | 0.0087 | 0.0083 | 0.0086 | 0 | 0 | 0.0103 | 0.0005 | 5.151 |
| Ag107(MR) | 0.0176 | 0.0205 | 0.0152 | 0.0208 | 0.0143 | 0.0191 | 0.0208 | 0.0183 | 0.0027 | 14.724 |
| Cd111(MR) | 0.0665 | 0.0369 | 0.0351 | 0.0319 | 0 | 0 | 0 | 0.0426 | 0.016 | 37.677 |
| In115(MR) | 0.4445 | 0.4251 | 0.3231 | 0.3577 | 0.3065 | 0.329 | 0.2786 | 0.3521 | 0.0616 | 17.493 |
| Sn119(MR) | 0.0193 | 0.0151 | 0.0134 | 0.0136 | 0 | 0 | 0 | 0.0153 | 0.0028 | 17.941 |
| Sb121(MR) | 0.0173 | 0.0022 | 0.0028 | 0.0033 | 0 | 0 | 0 | 0.0064 | 0.0072 | 112.828 |
| Te126(MR) | 0 | 0.0075 | 0.0075 | 0.0021 | 0 | 0 | 0 | 0.0057 | 0.0031 | 54.974 |
| I127(MR) | 0.0058 | 0.0042 | 0.004 | 0.005 | 0 | 0 | 0 | 0.0048 | 0.0008 | 17.226 |
| Cs133(MR) | 0.0007 | 0.0005 | 0.0005 | 0.0005 | 0 | 0 | 0 | 0.0005 | 0.0001 | 22.773 |
| Ba138(MR) | 0.0011 | 0.0022 | 0.0007 | 0.0008 | 0 | 0 | 0 | 0.0012 | 0.0007 | 55.107 |
| La139(MR) | 0.0015 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | 0 | 0 | 0 | 0.0006 | 0.0006 | 90.933 |
| Ce140(MR) | 0.0006 | 0.0004 | 0.0004 | 0.0004 | 0 | 0 | 0 | 0.0004 | 0.0001 | 22.773 |
| Pr141(MR) | 0.0006 | 0.0004 | 0.0004 | 0.0004 | 0 | 0 | 0 | 0.0004 | 0.0001 | 22.773 |
| Nd144(MR) | 0.0021 | 0.0014 | 0.0014 | 0.0014 | 0 | 0 | 0 | 0.0016 | 0.0004 | 22.773 |
| Sm152(MR) | 0.0019 | 0.0013 | 0.0012 | 0.0013 | 0 | 0 | 0 | 0.0014 | 0.0003 | 22.773 |
| Eu153(MR) | 0.0011 | 0.0007 | 0.0007 | 0.0021 | 0 | 0 | 0 | 0.0011 | 0.0006 | 55.634 |
| Gd158(MR) | 0.002 | 0.0013 | 0.0013 | 0.0013 | 0 | 0 | 0 | 0.0015 | 0.0003 | 22.773 |
| Tb159(MR) | 0.0005 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | 0 | 0 | 0 | 0.0004 | 0.0001 | 22.773 |
| Dy164(MR) | 0.0019 | 0.0012 | 0.0012 | 0.0012 | 0 | 0 | 0 | 0.0014 | 0.0003 | 22.773 |
| Ho165(MR) | 0.0006 | 0.0004 | 0.0004 | 0.0004 | 0 | 0 | 0 | 0.0004 | 0.0001 | 22.773 |
| Er166(MR) | 0.0016 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0 | 0 | 0 | 0.0012 | 0.0003 | 22.773 |
| Tm169(MR) | 0.0017 | 0.0011 | 0.0011 | 0.0011 | 0 | 0 | 0 | 0.0013 | 0.0003 | 22.773 |
| Yb171(MR) | 0 | 0.0096 | 0.0105 | 0.0106 | 0 | 0 | 0 | 0.0102 | 0.0005 | 5.173 |
| Lu175(MR) | 0.0146 | 0.0086 | 0.0094 | 0.0112 | 0 | 0 | 0 | 0.011 | 0.0027 | 24.409 |
| Ta181(MR) | 0.5877 | 0.5309 | 0.5406 | 0.5005 | 0.4836 | 0.5067 | 0.5018 | 0.5217 | 0.0349 | 6.696 |
| W186(MR) | 0.2019 | 0.2265 | 0.2003 | 0.1774 | 0.2365 | 0.2153 | 0.1936 | 0.2073 | 0.0202 | 9.748 |
| Re187(MR) | 0.0014 | 0.0035 | 0.001 | 0.0041 | 0 | 0 | 0 | 0.0025 | 0.0015 | 61.017 |
| Os189(MR) | 0 | 0.0285 | 0.0213 | 0.0179 | 0 | 0 | 0 | 0.0226 | 0.0054 | 23.919 |
| Ir191(MR) | 0.0872 | 0.1057 | 0.1073 | 0.0854 | 0.0779 | 0.0769 | 0.0758 | 0.088 | 0.0133 | 15.153 |
| Au197(MR) | 0.0928 | 0.0757 | 0.0598 | 0.0695 | 0.0618 | 0.0689 | 0.0241 | 0.0646 | 0.021 | 32.421 |
| Pt198(MR) | 0.0694 | 0.1331 | 0.071 | 0.1566 | 0.1323 | 0.0902 | 0.145 | 0.1139 | 0.0362 | 31.777 |
| Hg202(MR) | 0.0226 | 0.0024 | 0.0068 | 0.0069 | 0 | 0 | 0 | 0.0097 | 0.0089 | 91.785 |
| Tl205(MR) | 0.0048 | 0.0016 | 0.0046 | 0.0016 | 0 | 0 | 0 | 0.0032 | 0.0018 | 56.881 |
| Pb208(MR) | 0.0029 | 0.0055 | 0.0055 | 0.007 | 0 | 0 | 0 | 0.0052 | 0.0017 | 32.637 |
| Bi209(MR) | 0.0086 | 0.001 | 0.001 | 0.0036 | 0 | 0 | 0 | 0.0035 | 0.0036 | 101.047 |
| Th232(MR) | 0.0009 | 0.0009 | 0.0011 | 0.0014 | 0.0013 | 0.0023 | 0.0012 | 0.0013 | 0.0005 | 36.537 |
| U238(MR) | 0.0186 | 0.0191 | 0.0186 | 0.021 | 0.0194 | 0.0194 | 0.0184 | 0.0192 | 0.0009 | 4.638 |

表6 2#铪样品测定数据（广东先导稀材股份有限公司）

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 待测元素 |  |  |  |  |  |  |  | 平均值 | STD | RSD% |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | (mg/kg) |
| Li7(MR) | 0.0013 | 0.0013 | 0.003 | 0.0012 | 0 | 0 | 0 | 0.0017 | 0.0009 | 51.544 |
| Be9(MR) | 0.0015 | 0.0015 | 0.0036 | 0.0015 | 0 | 0 | 0 | 0.002 | 0.001 | 51.544 |
| B11(MR) | 0.001 | 0.001 | 0.0024 | 0.001 | 0 | 0 | 0 | 0.0013 | 0.0007 | 51.544 |
| F19(MR) | 0.0039 | 0.0048 | 0.003 | 0.0045 | 0.0034 | 0.0036 | 0.0033 | 0.0038 | 0.0006 | 16.835 |
| Na23(MR) | 0.0021 | 0.0017 | 0.0014 | 0.0016 | 0.0015 | 0.004 | 0.0013 | 0.0019 | 0.0009 | 48.076 |
| Mg24(MR) | 0.0011 | 0.0011 | 0.0009 | 0.001 | 0.001 | 0.0009 | 0.0009 | 0.001 | 0.0001 | 9.384 |
| Al27(MR) | 2.4539 | 2.3856 | 2.7047 | 3.1026 | 2.4178 | 2.4918 | 2.788 | 2.6206 | 0.2608 | 9.952 |
| Si28(MR) | 0.1472 | 0.1529 | 0.1624 | 0.1761 | 0.1359 | 0.144 | 0.1711 | 0.1557 | 0.0147 | 9.47 |
| P31(MR) | 0.0066 | 0.0085 | 0.0072 | 0.0056 | 0.0018 | 0.0065 | 0.0047 | 0.0058 | 0.0021 | 36.688 |
| S32(MR) | 0.0638 | 0.0506 | 0.0518 | 0.0649 | 0.0526 | 0.0559 | 0.053 | 0.0561 | 0.0059 | 10.489 |
| Cl35(MR) | 0.0189 | 0.0084 | 0.0057 | 0.0066 | 0.0133 | 0.0091 | 0.0056 | 0.0096 | 0.0049 | 50.35 |
| K39(MR) | 0.0166 | 0.0129 | 0.0086 | 0.0133 | 0.0104 | 0.0124 | 0.0115 | 0.0122 | 0.0025 | 20.607 |
| Ca44(MR) | 0.0164 | 0.0165 | 0.0106 | 0.0124 | 0.0098 | 0.0102 | 0.0085 | 0.0121 | 0.0032 | 26.606 |
| Sc45(MR) | 0.6067 | 0.6307 | 0.6397 | 0.7517 | 0.5432 | 0.6197 | 0.675 | 0.6381 | 0.0641 | 10.047 |
| Ti48(MR) | 5.0828 | 5.3045 | 5.732 | 6.6608 | 4.9133 | 5.3866 | 5.9291 | 5.5727 | 0.5941 | 10.661 |
| V51(MR) | 0.0227 | 0.0183 | 0.0248 | 0.0291 | 0.0205 | 0.0262 | 0.0241 | 0.0237 | 0.0036 | 15.124 |
| Cr52(MR) | 1.5834 | 1.606 | 1.8404 | 1.9754 | 1.6506 | 1.7544 | 1.8581 | 1.7526 | 0.1466 | 8.366 |
| Mn55(MR) | 0.0008 | 0.0025 | 0.0034 | 0.0039 | 0.0031 | 0.0027 | 0.0046 | 0.003 | 0.0012 | 40.17 |
| Fe56(MR) | 14.0194 | 13.5844 | 16.0934 | 18.5682 | 14.1144 | 15.5787 | 16.3361 | 15.4707 | 1.7439 | 11.272 |
| Co59(MR) | 0.0113 | 0.012 | 0.0101 | 0.0144 | 0.01 | 0.0108 | 0.0131 | 0.0117 | 0.0016 | 14.092 |
| Ni60(MR) | 0.2567 | 0.2682 | 0.265 | 0.3548 | 0.262 | 0.2734 | 0.2891 | 0.2813 | 0.034 | 12.095 |
| Cu63(MR) | 0.0532 | 0.0576 | 0.0862 | 0.0908 | 0.0638 | 0.0686 | 0.0716 | 0.0702 | 0.014 | 19.905 |
| Zn64(MR) | 0.0463 | 0.0124 | 0.028 | 0.0207 | 0.0174 | 0.0129 | 0.0162 | 0.0179 | 0.0058 | 32.283 |
| Ga69(MR) | 0.0183 | 0.0143 | 0.0134 | 0.0195 | 0.0153 | 0.0171 | 0.0066 | 0.0149 | 0.0043 | 28.657 |
| Ge70(MR) | 0.004 | 0.0145 | 0.0094 | 0.018 | 0.0086 | 0.0077 | 0.0121 | 0.0106 | 0.0046 | 43.788 |
| As75(MR) | 0.0074 | 0.0021 | 0.0017 | 0.002 | 0.0019 | 0.0049 | 0.0017 | 0.0031 | 0.0022 | 72.32 |
| Br79(MR) | 0.0072 | 0.0068 | 0.0071 | 0.007 | 0.0058 | 0.0065 | 0.005 | 0.0065 | 0.0008 | 12.7 |
| Se82(MR) | 0.0269 | 0.0249 | 0.0307 | 0.032 | 0.0262 | 0.0251 | 0.0312 | 0.0281 | 0.0031 | 10.914 |
| Rb85(MR) | 0.0051 | 0.0009 | 0.0045 | 0.0052 | 0.0041 | 0.0036 | 0.0035 | 0.0038 | 0.0014 | 37.718 |
| Sr88(MR) | 0.0107 | 0.0101 | 0.0072 | 0.0097 | 0.0079 | 0.0101 | 0.0086 | 0.0092 | 0.0013 | 14.115 |
| Y89(MR) | 0.0031 | 0.0027 | 0.0024 | 0.0027 | 0.0022 | 0.0028 | 0.0024 | 0.0026 | 0.0003 | 11.506 |
| Zr90(MR) | 3544.709 | 3483.83 | 3356.27 | 2424.07 | 3153.31 | 3290.61 | 3422.91 | 3239.39 | 381.901 | 11.789 |
| Nb93(MR) | 0.0013 | 0.0022 | 0.0008 | 0.0021 | 0.0014 | 0.0022 | 0.0028 | 0.0018 | 0.0007 | 38.629 |
| Mo95(MR) | 0.0337 | 0.0452 | 0.0259 | 0.0366 | 0.0253 | 0.0263 | 0.0326 | 0.0322 | 0.0072 | 22.399 |
| Ru102(MR) | 0.0057 | 0.0056 | 0.0068 | 0.0019 | 0.0043 | 0.0039 | 0.0016 | 0.0042 | 0.002 | 46.057 |
| Rh103(MR) | 0.0026 | 0.0048 | 0.0032 | 0.0042 | 0.0009 | 0.0036 | 0.0031 | 0.0032 | 0.0013 | 39.129 |
| Pd105(MR) | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.0103 | 0.0098 | 0.0109 | 0.0103 | 0.0005 | 5.151 |
| Ag107(MR) | 0.0241 | 0.0187 | 0.0107 | 0.016 | 0.0174 | 0.0202 | 0.024 | 0.0187 | 0.0047 | 25.033 |
| Cd111(MR) | 0.0324 | 0.0365 | 0.0375 | 0.0211 | 0.0328 | 0.0264 | 0.0247 | 0.0302 | 0.0062 | 20.637 |
| In115(MR) | 0.0745 | 0.0652 | 0.0694 | 0.0529 | 0.0621 | 0.0717 | 0.0589 | 0.065 | 0.0076 | 11.653 |
| Sn119(MR) | 0.0191 | 0.0058 | 0.0126 | 0.0201 | 0.0054 | 0.0208 | 0.0184 | 0.0146 | 0.0067 | 46.071 |
| Sb121(MR) | 0.0041 | 0.0033 | 0.0023 | 0.0039 | 0.0045 | 0.004 | 0.0033 | 0.0036 | 0.0007 | 19.661 |
| Te126(MR) | 0.003 | 0.0086 | 0.0089 | 0.0082 | 0.0101 | 0.0105 | 0.0024 | 0.0074 | 0.0033 | 44.974 |
| I127(MR) | 0.0115 | 0.0113 | 0.0107 | 0.0116 | 0.0139 | 0.0099 | 0.014 | 0.0119 | 0.0015 | 13.069 |
| Cs133(MR) | 0.0007 | 0.0007 | 0.0016 | 0.0006 | 0 | 0 | 0 | 0.0009 | 0.0005 | 51.544 |
| Ba138(MR) | 0.0011 | 0.0011 | 0.0009 | 0.001 | 0 | 0 | 0 | 0.001 | 0.0001 | 8.935 |
| La139(MR) | 0.0005 | 0.0005 | 0.0004 | 0.0005 | 0 | 0 | 0 | 0.0005 | 0 | 8.935 |
| Ce140(MR) | 0.0006 | 0.0006 | 0.0005 | 0.0005 | 0 | 0 | 0 | 0.0005 | 0 | 8.935 |
| Pr141(MR) | 0.0005 | 0.0005 | 0.0004 | 0.0015 | 0 | 0 | 0 | 0.0007 | 0.0005 | 64.954 |
| Nd144(MR) | 0.0057 | 0.002 | 0.0016 | 0.0019 | 0 | 0 | 0 | 0.0028 | 0.0019 | 68.588 |
| Sm152(MR) | 0.0018 | 0.0018 | 0.0015 | 0.0017 | 0 | 0 | 0 | 0.0017 | 0.0002 | 8.935 |
| Eu153(MR) | 0.001 | 0.003 | 0.0008 | 0.001 | 0 | 0 | 0 | 0.0015 | 0.001 | 69.188 |
| Gd158(MR) | 0.0019 | 0.0019 | 0.0015 | 0.0018 | 0 | 0 | 0 | 0.0018 | 0.0002 | 8.935 |
| Tb159(MR) | 0.0005 | 0.0005 | 0.0004 | 0.0004 | 0 | 0 | 0 | 0.0004 | 0 | 8.935 |
| Dy164(MR) | 0.0051 | 0.0018 | 0.0015 | 0.0017 | 0 | 0 | 0 | 0.0025 | 0.0017 | 68.588 |
| Ho165(MR) | 0.0005 | 0.0005 | 0.0004 | 0.0005 | 0 | 0 | 0 | 0.0005 | 0 | 8.935 |
| Er166(MR) | 0.0015 | 0.0015 | 0.0012 | 0.0014 | 0 | 0 | 0 | 0.0014 | 0.0001 | 8.935 |
| Tm169(MR) | 0.0006 | 0.0006 | 0.0017 | 0.0023 | 0 | 0 | 0 | 0.0013 | 0.0009 | 67.099 |
| Yb171(MR) | 0.0044 | 0.0045 | 0.0155 | 0.0043 | 0.0099 | 0.0088 | 0.0085 | 0.008 | 0.0041 | 51.071 |
| Lu175(MR) | 0.009 | 0.0083 | 0.0078 | 0.0099 | 0.0111 | 0.0085 | 0.0098 | 0.0092 | 0.0011 | 12.47 |
| Ta181(MR) | 0.4725 | 0.3707 | 0.3761 | 0.413 | 0.3793 | 0.3921 | 0.3782 | 0.3974 | 0.036 | 9.058 |
| W186(MR) | 0.0325 | 0.0313 | 0.0314 | 0.0298 | 0.0437 | 0.0272 | 0.0421 | 0.034 | 0.0063 | 18.605 |
| Re187(MR) | 0.0014 | 0.0014 | 0.0032 | 0.0038 | 0.0037 | 0.0042 | 0.0011 | 0.0027 | 0.0013 | 49.748 |
| Os189(MR) | 0.0426 | 0.0326 | 0.0098 | 0.0065 | 0.008 | 0.0029 | 0.0055 | 0.0065 | 0.0026 | 40.15 |
| Ir191(MR) | 0.0321 | 0.0081 | 0.0125 | 0.0103 | 0.0109 | 0.0067 | 0.0101 | 0.0098 | 0.0021 | 21.072 |
| Au197(MR) | 0.0686 | 0.0547 | 0.0589 | 0.0535 | 0.059 | 0.0539 | 0.0611 | 0.0585 | 0.0053 | 9.092 |
| Pt198(MR) | 0.1142 | 0.0383 | 0.1334 | 0.0548 | 0.0536 | 0.0559 | 0.0691 | 0.0742 | 0.0355 | 47.849 |
| Hg202(MR) | 0.0098 | 0.0034 | 0.0028 | 0.017 | 0.0032 | 0.0082 | 0.0079 | 0.0075 | 0.005 | 67.358 |
| Tl205(MR) | 0.0023 | 0.0023 | 0.0019 | 0.008 | 0.0022 | 0.0019 | 0.0053 | 0.0034 | 0.0024 | 68.997 |
| Pb208(MR) | 0.0028 | 0.008 | 0.0023 | 0.0076 | 0.0026 | 0.0023 | 0.0022 | 0.004 | 0.0026 | 66.029 |
| Bi209(MR) | 0.0014 | 0.0014 | 0.0012 | 0.0039 | 0.0038 | 0.0012 | 0.0033 | 0.0023 | 0.0013 | 55.353 |
| Th232(MR) | 0.0004 | 0.0009 | 0.0004 | 0.0003 | 0.0007 | 0.0003 | 0.0004 | 0.0005 | 0.0002 | 44.004 |
| U238(MR) | 0.0646 | 0.0721 | 0.0857 | 0.0867 | 0.0868 | 0.0739 | 0.0782 | 0.0783 | 0.0086 | 10.971 |

表7 1号高纯铪测试结果（金川集团股份有限公司）

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 待测元素 | 测定值（μg/kg） | | | | | | | 平均值  （μg/kg） | STD | RSD% |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Li7(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / |
| Be9(MR) | <0.1 | 0.8 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | 0.8 | / | / |
| B11(MR) | 1.3 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | 3.2 | 3.3 | 1.8 | 2.4 | 1.0 | 41.8 |
| F19(MR) | 2.6 | 2.3 | 1.3 | 4.0 | 2.4 | 2.3 | 3.7 | 2.7 | 0.92 | 34.6 |
| Na23(MR) | 39 | 33 | 25 | 33 | 31 | 24 | 33 | 31 | 5.3 | 16.9 |
| Mg24(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / |
| Al27(MR) | 34 | 33 | 34 | 32 | 31 | 36 | 29 | 33 | 2.2 | 6.8 |
| Si28(MR) | 176 | 161 | 179 | 190 | 178 | 185 | 179 | 178 | 9.1 | 5.1 |
| P31(MR) | 4.8 | 4.9 | 4.1 | 4.9 | 5.8 | 0.8 | 7.9 | 4.7 | 2.1 | 45 |
| S32(MR) | 78 | 78 | 61 | 83 | 63 | 77 | 78 | 74 | 8.3 | 11 |
| Cl35(MR) | 55 | 59 | 51 | 58 | 53 | 53 | 56 | 55 | 2.8 | 5.2 |
| K39(HR) | 20 | 18 | 17 | 18 | 11 | 12 | 16 | 16 | 3.3 | 21 |
| Ca44(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / |
| Sc45(MR) | 214 | 201 | 178 | 183 | 173 | 162 | 162 | 182 | 19.5 | 10.7 |
| Ti48(MR) | 215 | 211 | 214 | 209 | 215 | 212 | 214 | 213 | 2.1 | 1.0 |
| V51(MR) | 1.3 | 1.2 | 1.6 | 1.9 | 2.1 | 1.7 | 2.7 | 1.8 | 0.5 | 27.3 |
| Cr52(MR) | 48 | 54 | 53 | 55 | 55 | 54 | 56 | 54 | 2.6 | 4.9 |
| Mn55(MR) | 0.7 | 1.6 | 0.9 | 1.8 | 1.1 | 0.6 | 1.1 | 1.1 | 0.47 | 41.9 |
| Fe56(MR) | 1861 | 1896 | 1900 | 1905 | 1904 | 1940 | 1992 | 1914 | 41.1 | 2.1 |
| Co59(MR) | 11 | 17 | 15 | 14 | 12 | 12 | 16 | 14 | 2.3 | 16.9 |
| Ni60(MR) | 222 | 229 | 250 | 231 | 239 | 231 | 255 | 237 | 11.8 | 5.0 |
| Cu63(MR) | 22 | 18 | 17 | 14 | 16 | 16 | 15 | 17 | 2.5 | 14.6 |
| Zn66(MR) | <0.1 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | <0.1 | <0.1 | 2.3 | 1.3 | 0.68 | 51.0 |
| Ga69(MR) | 1.3 | 0.0 | 0.7 | 0.7 | 0.0 | 1.6 | 0.0 | 0.6 | 0.65 | 105 |
| Ge72(HR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / |
| As75(HR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / |
| Se82(HR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / |
| Br79(HR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / |
| Rb85(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | 0.3 | 0.3 | 0.3 | 0.02 | 5.5 |
| Sr88(MR) | <0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | <0.1 | 0.3 | <0.1 | 0.2 | 0.08 | 49.7 |
| Y89(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | 0.1 | 0.2 | <0.1 | <0.1 | 0.2 | 0.08 | 49.4 |
| Zr91(MR) | 1292364 | 1274421 | 1276433 | 1293664 | 1275688 | 1276698 | 1396737 | 1283749 | 10006 | 0.8 |
| Nb93(MR) | 35 | 29 | 32 | 32 | 39 | 35 | 34 | 34 | 3.2 | 9.7 |
| Mo95(MR) | 179 | 193 | 179 | 185 | 172 | 174 | 177 | 180 | 7.0 | 3.9 |
| Ru101(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / | / |
| Rh103(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / | / |
| Pd105(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / | / |
| Ag109(MR) | 1.3 | <0.1 | <0.1 | 1.5 | 3.2 | <0.1 | 1.8 | 1.9 | 0.84 | 43.4 |
| Cd114(MR) | <0.1 | <0.1 | 0.9 | <0.1 | 1.9 | 2.0 | 1.0 | 1.4 | 0.57 | 39.9 |
| In115(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | 0.3 | <0.1 | <0.1 | 0.3 | / | / |
| Sn118(MR) | 4.4 | 2.7 | 2.0 | 3.0 | 1.0 | 2.2 | 0.0 | 2.2 | 1.41 | 64.6 |
| Sb121(MR) | 1.4 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | 1.4 | / | / |
| Te128(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / | / |
| I127(MR) | 0.2 | 0.2 | 0.7 | <0.1 | 0.4 | 0.2 | 0.4 | 0.3 | 0.22 | 63.9 |
| Cs133(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / | / |
| Ba138(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / | / |
| La139(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / | / |
| Ce140(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / | / |
| Pr141(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / | / |
| Nd146(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / | / |
| Sm152(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / | / |
| Eu153(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / | / |
| Gd158(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / | / |
| Tb159(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / | / |
| Dy162(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / | / |
| Ho165(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / | / |
| Er167(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / | / |
| Tm169(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / | / |
| Yb171(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / | / |
| Lu175(MR) | 6.0 | 5.1 | 5.5 | 6.8 | 3.3 | 5.9 | 5.2 | 5.4 | 1.1 | 20.6 |
| Ta181(MR) | 102 | 109 | 105 | 107 | 108 | 113 | 96 | 106 | 5 | 4.9 |
| W184(MR) | 124 | 151 | 133 | 146 | 125 | 125 | 128 | 133 | 11 | 8.3 |
| Re185(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / | / |
| Os189(MR) | <0.1 | <0.1 | 6.2 | 2.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | 4.2 | 2.89 | 69.0 |
| Ir191(MR) | 24 | 19 | 23 | 25 | 26 | 26 | 16 | 23 | 3.7 | 16.2 |
| Pt198(HR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / | / |
| Au197(HR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / | / |
| Hg202(MR) | 9.6 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | 5.8 | <0.1 | <0.1 | 7.7 | 2.7 | 35.5 |
| Tl203(MR) | 2.3 | 9.3 | <0.1 | 2.6 | 2.7 | 0.0 | 5.9 | 3.8 | 3.3 | 86.3 |
| Pb208(MR) | 1.4 | 2.1 | 2.1 | 0.6 | 0.2 | 1.3 | 0.9 | 1.2 | 0.7 | 59.0 |
| Bi209(MR) | <0.1 | <0.1 | 1.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | 1.1 | / | / |
| Th232(MR) | 1.1 | 1.7 | 2.2 | 0.5 | 1.5 | 2.1 | 1.0 | 1.4 | 0.6 | 42.9 |
| U238(MR) | 18 | 19 | 17 | 18 | 19 | 18 | 20 | 18.2 | 1.0 | 5.7 |

表8 2号高纯铪测试结果（金川集团股份有限公司）

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 待测元素 | 测定值（μg/kg） | | | | | | | 平均值  （μg/kg） | STD | RSD% |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Li7(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / |
| Be9(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / | / |
| B11(MR) | 0.9 | 4.7 | <0.1 | <0.1 | 2.0 | 1.0 | 1.9 | 2.1 | 1.5 | 72.7 |
| F19(MR) | 5.1 | 4.4 | 3.3 | 5.2 | 1.1 | 4.2 | 4.2 | 3.9 | 1.4 | 35.4 |
| Na23(MR) | 30.5 | 30.0 | 26.3 | 31.4 | 27.3 | 24.5 | 21.6 | 27 | 3.6 | 13.0 |
| Mg24(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / |
| Al27(MR) | 864 | 864 | 872 | 869 | 889 | 839 | 840 | 862 | 17.8 | 2.1 |
| Si28(MR) | 39 | 38 | 37 | 43 | 47 | 41 | 35 | 40 | 3.9 | 9.8 |
| P31(MR) | 4.5 | 5.1 | 4.8 | 2.7 | 3.6 | 8.6 | 1.8 | 4.4 | 2.2 | 50 |
| S32(MR) | 76 | 76 | 72 | 72 | 64 | 66 | 62 | 70 | 5.8 | 8 |
| Cl35(MR) | 68 | 67 | 70 | 65 | 76 | 75 | 61 | 69 | 5.2 | 7.6 |
| K39(HR) | 16 | 17 | 15 | 17 | 15 | 14 | 12 | 15 | 1.8 | 12 |
| Ca44(MR) | <0.1 | 1.0 | <0.1 | 1.0 | 1.1 | 0.0 | 1.0 | <0.1 | / | / |
| Sc45(MR) | 374 | 372 | 360 | 344 | 343 | 318 | 298 | 344 | 27.9 | 8.1 |
| Ti48(MR) | 2325 | 2344 | 2354 | 2304 | 2306 | 2261 | 2207 | 2300 | 51.1 | 2.2 |
| V51(MR) | 11 | 11 | 10 | 10 | 10 | 11 | 10 | 10.5 | 0.6 | 5.3 |
| Cr52(MR) | 544 | 553 | 563 | 554 | 535 | 546 | 522 | 545 | 13.6 | 2.5 |
| Mn55(MR) | 1.2 | 1.5 | 0.9 | 1.7 | 1.8 | 1.5 | 1.0 | 1.4 | 0.35 | 25.3 |
| Fe56(MR) | 6673 | 6737 | 6748 | 6634 | 6694 | 6595 | 6421 | 6643 | 112 | 1.7 |
| Co59(MR) | 6.2 | 5.5 | 6.6 | 5.1 | 4.6 | 5.3 | 4.1 | 5 | 0.9 | 15.9 |
| Ni60(MR) | 106 | 118 | 102 | 109 | 112 | 107 | 97 | 107 | 6.7 | 6.3 |
| Cu63(MR) | 24 | 28 | 24 | 26 | 21 | 21 | 25 | 24 | 2.5 | 10.3 |
| Zn66(MR) | 0.6 | <0.1 | 2.0 | <0.1 | 2.0 | <0.1 | 3.3 | 2.0 | 1.1 | 55.2 |
| Ga69(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / | / |
| Ge72(HR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / |
| As75(HR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / |
| Se82(HR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / |
| Br79(HR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / |
| Rb85(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / | / |
| Sr88(MR) | 0.6 | 0.5 | 0.6 | 0.4 | 0.7 | 0.5 | 0.8 | 0.6 | 0.13 | 21.4 |
| Y89(MR) | 0.3 | 0.1 | 0.4 | 0.2 | 0.1 | 0.3 | 0.1 | 0.2 | 0.13 | 59.4 |
| Zr91(MR) | 1649186 | 1670870 | 1659769 | 1642918 | 1652490 | 1629049 | 1602064 | 1643764 | 22556 | 1.4 |
| Nb93(MR) | 0.4 | 0.7 | 0.4 | 0.7 | 1.4 | 1.2 | 0.9 | 1 | 0.4 | 45.3 |
| Mo95(MR) | 14.9 | 8.7 | 22.5 | 14.0 | 14.9 | 11.4 | 15.3 | 15 | 4.3 | 29.3 |
| Ru101(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / | / |
| Rh103(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / | / |
| Pd105(MR) | <0.1 | <0.1 | 1.0 | 2.0 | 1.0 | <0.1 | 1.0 | / | / | / |
| Ag109(MR) | 2.7 | 4.6 | 3.8 | 2.9 | <0.1 | 4.9 | 0.0 | 3.2 | 1.79 | 56.6 |
| Cd114(MR) | <0.1 | <0.1 | 0.6 | 1.7 | 0.6 | 0.6 | 0.6 | 0.8 | 0.51 | 63.5 |
| In115(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / | / |
| Sn118(MR) | 3.6 | 1.9 | 7.5 | 7.1 | 7.8 | 3.9 | 3.8 | 5.1 | 2.34 | 45.9 |
| Sb121(MR) | 1.0 | <0.1 | 1.0 | 1.0 | <0.1 | <0.1 | 2.0 | 1.3 | / | / |
| Te128(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / | / |
| I127(MR) | 0.4 | 1.2 | 1.4 | 0.6 | 0.5 | 0.7 | 0.5 | 0.8 | 0.38 | 50.2 |
| Cs133(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / | / |
| Ba138(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / | / |
| La139(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / | / |
| Ce140(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / | / |
| Pr141(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / | / |
| Nd146(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / | / |
| Sm152(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / | / |
| Eu153(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / | / |
| Gd158(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / | / |
| Tb159(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / | / |
| Dy162(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / | / |
| Ho165(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / | / |
| Er167(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / | / |
| Tm169(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / | / |
| Yb171(MR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / | / |
| Lu175(MR) | 8.1 | 6.6 | 7.2 | 5.6 | 5.9 | 8.6 | 6.2 | 6.9 | 1.1 | 16.3 |
| Ta181(MR) | 58 | 64 | 52 | 58 | 57 | 63 | 52 | 58 | 5 | 8.2 |
| W184(MR) | 24 | 26 | 21 | 20 | 21 | 27 | 20 | 23 | 3 | 12.0 |
| Re185(MR) | <0.1 | 0.3 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / | / |
| Os189(MR) | 1.3 | 2.6 | 4.0 | <0.1 | <0.1 | 1.4 | 1.3 | 2.1 | 1.20 | 56.1 |
| Ir191(MR) | 20 | 24 | 24 | 25 | 24 | 23 | 19 | 23 | 2.5 | 11.0 |
| Pt198(HR) | <0.1 | 9.1 | 9.4 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / | / |
| Au197(HR) | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | / | / | / |
| Hg202(MR) | 8.2 | 5.1 | <0.1 | 1.8 | 5.4 | 3.6 | 7.1 | 5.2 | 2.3 | 44.7 |
| Tl203(MR) | 0.0 | 6.4 | 4.9 | <0.1 | 1.7 | 1.7 | <0.1 | 2.9 | 2.6 | 89.2 |
| Pb208(MR) | 1.3 | 2.3 | 1.6 | 1.5 | 1.7 | 1.3 | 0.6 | 1.5 | 0.5 | 34.3 |
| Bi209(MR) | 0.3 | 0.3 | <0.1 | <0.1 | <0.1 | 0.4 | <0.1 | 0.3 | / | / |
| Th232(MR) | 0.4 | 0.4 | 0.2 | 0.2 | 0.3 | <0.1 | 0.7 | 0.4 | 0.2 | 43.2 |
| U238(MR) | 78 | 76 | 75 | 77 | 78 | 80 | 72 | 76.7 | 2.5 | 3.2 |

表9 1号高纯铪测试结果（昆明冶金研究院）

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 待测元素 |  | | | | | | | 平均值 | STD | RSD% |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | (mg/kg) |
| Li7(MR) | 0.0022 | 0.0035 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0001 | 0.0000 | 0.0008 | 0.0014 | 172.2 |
| Be9(MR) | 0.0031 | 0.0029 | 0.0036 | 0.0000 | 0.0055 | 0.0012 | 0.0005 | 0.0024 | 0.0019 | 81.0 |
| B11(MR) | 0.0133 | 0.0251 | 0.0000 | 0.0154 | 0.0220 | 0.0187 | 0.0165 | 0.0159 | 0.0081 | 50.9 |
| F19(MR) | 0.5221 | 0.6955 | 0.6881 | 0.7331 | 0.6560 | 0.6532 | 0.5289 | 0.6396 | 0.0824 | 12.9 |
| Na23(MR) | 0.0151 | 0.0280 | 0.0000 | 0.0074 | 0.0220 | 0.0146 | 0.0189 | 0.0151 | 0.0093 | 61.3 |
| Mg24(MR) | 0.0020 | 0.0022 | 0.0023 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0015 | 0.0028 | 0.0015 | 0.0011 | 72.7 |
| Al27(MR) | 0.0624 | 0.0908 | 0.0599 | 0.0591 | 0.0523 | 0.0437 | 0.0615 | 0.0614 | 0.0145 | 23.7 |
| Si28(MR) | 0.6642 | 0.5331 | 0.2451 | 0.0450 | 0.8654 | 0.5281 | 0.6239 | 0.5007 | 0.2738 | 54.7 |
| P31(MR) | 0.1200 | 0.0909 | 0.0669 | 0.0935 | 0.0667 | 0.0782 | 0.0792 | 0.0851 | 0.0186 | 21.9 |
| S32(MR) | 0.1590 | 0.5373 | 0.1537 | 0.6087 | 0.3550 | 0.3569 | 0.1237 | 0.3277 | 0.1936 | 59.1 |
| Cl35(MR) | 6.1437 | 6.1486 | 6.2960 | 6.3682 | 6.1931 | 6.1329 | 6.2567 | 6.2199 | 0.0897 | 1.4 |
| K39(HR) | 0.1326 | 0.1654 | 0.6297 | 0.1386 | 0.1484 | 0.1257 | 0.1339 | 0.2106 | 0.1853 | 88.0 |
| Ca44(MR) | 0.0473 | 0.0768 | 0.0268 | 0.0154 | 0.0278 | 0.0157 | 0.0239 | 0.0334 | 0.0219 | 65.6 |
| Sc45(MR) | 0.1707 | 0.1684 | 0.1772 | 0.1699 | 0.1684 | 0.1567 | 0.1349 | 0.1637 | 0.0141 | 8.6 |
| Ti48(MR) | 0.2893 | 0.3044 | 0.3021 | 0.2758 | 0.2861 | 0.2567 | 0.2348 | 0.2784 | 0.0251 | 9.0 |
| V51(MR) | 0.0059 | 0.0030 | 0.0034 | 0.0021 | 0.0043 | 0.0035 | 0.0031 | 0.0036 | 0.0012 | 33.3 |
| Cr52(MR) | 0.3116 | 0.1918 | 0.1621 | 0.1249 | 0.1076 | 0.0987 | 0.1054 | 0.1574 | 0.0760 | 48.3 |
| Mn55(MR) | 0.0131 | 0.0163 | 0.0088 | 0.0090 | 0.0046 | 0.0058 | 0.0062 | 0.0091 | 0.0042 | 46.5 |
| Fe56(MR) | 6.4952 | 5.8046 | 5.5954 | 5.6596 | 5.4950 | 4.2784 | 3.5967 | 5.2750 | 0.9898 | 18.8 |
| Co59(MR) | 0.0362 | 0.0394 | 0.0341 | 0.0365 | 0.0354 | 0.0354 | 0.0432 | 0.0372 | 0.0031 | 8.4 |
| Ni60(MR) | 0.8812 | 0.9442 | 0.9337 | 0.9269 | 0.8777 | 0.7869 | 0.8231 | 0.8820 | 0.0593 | 6.7 |
| Cu63(MR) | 0.3029 | 0.1689 | 0.1839 | 0.2249 | 0.1565 | 0.1354 | 0.1257 | 0.1854 | 0.0613 | 33.1 |
| Zn66(MR) | 0.0592 | 0.0895 | 0.0844 | 0.0438 | 0.0704 | 0.0654 | 0.0453 | 0.0654 | 0.0177 | 27.0 |
| Ga71(HR) | 0.0142 | 0.0000 | 0.0476 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0088 | 0.0179 | 202.6 |
| Ge72(HR) | 0.0000 | 0.0000 | 0.0025 | 0.0000 | 0.0012 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0005 | 0.0010 | 185.0 |
| As75(HR) | 0.0312 | 0.0649 | 0.0344 | 0.0000 | 0.0751 | 0.0523 | 0.0428 | 0.0430 | 0.0247 | 57.5 |
| Se82(HR) | 0.0077 | 0.0000 | 0.0095 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0028 | 0.0029 | 0.0041 | 143.1 |
| Br79(HR) | 0.0214 | 0.0214 | 0.0133 | 0.0195 | 0.0130 | 0.0153 | 0.0127 | 0.0167 | 0.0040 | 23.9 |
| Rb85(MR) | 0.0003 | 0.0000 | 0.0008 | 0.0000 | 0.0005 | 0.0009 | 0.0000 | 0.0004 | 0.0004 | 108.7 |
| Sr88(MR) | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0004 | 0.0000 | 0.0001 | 0.0003 | 0.0001 | 0.0002 | 146.8 |
| Y89(MR) | 0.0000 | 0.0006 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0004 | 0.0002 | 0.0003 | 0.0002 | 0.0002 | 112.6 |
| Zr91(MR) | 458.5960 | 438.0563 | 443.0139 | 441.4990 | 427.4985 | 408.6234 | 415.6237 | 433.2730 | 17.2198 | 4.0 |
| Nb93(MR) | 0.0435 | 0.0438 | 0.0429 | 0.0548 | 0.0487 | 0.0421 | 0.0439 | 0.0457 | 0.0045 | 10.0 |
| Mo95(MR) | 0.3745 | 0.4353 | 0.4287 | 0.4542 | 0.4673 | 0.4567 | 0.4239 | 0.4344 | 0.0308 | 7.1 |
| Ru101(MR) | 0.0005 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0003 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0002 | 153.7 |
| Rh103(MR) | 0.0000 | 0.0017 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0017 | 0.0009 | 0.0012 | 0.0008 | 0.0008 | 100.3 |
| Pd105(MR) | 0.0001 | 0.0000 | 0.0005 | 0.0002 | 0.0000 | 0.0001 | 0.0000 | 0.0001 | 0.0002 | 140.0 |
| Ag109(MR) | 0.2311 | 0.1741 | 0.2005 | 0.1275 | 0.1667 | 0.1246 | 0.1157 | 0.1629 | 0.0431 | 26.5 |
| Cd114(HR) | 0.0064 | 0.0023 | 0.0036 | 0.0068 | 0.0033 | 0.0025 | 0.0067 | 0.0045 | 0.0020 | 45.1 |
| In115(MR) | 0.0041 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0010 | 0.0010 | 0.0025 | 0.0037 | 0.0017 | 0.0017 | 96.8 |
| Sn118(MR) | 0.0099 | 0.0038 | 0.0073 | 0.0058 | 0.0098 | 0.0027 | 0.0045 | 0.0063 | 0.0029 | 45.6 |
| Sb121(MR) | 0.0695 | 0.0655 | 0.0411 | 0.0327 | 0.0171 | 0.0432 | 0.0327 | 0.0289 | 0.0187 | 64.7 |
| Te128(MR) | 0.0022 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0011 | 0.0009 | 0.0006 | 0.0009 | 141.7 |
| I127(MR) | 0.0082 | 0.0054 | 0.0049 | 0.0058 | 0.0039 | 0.0037 | 0.0028 | 0.0050 | 0.0017 | 35.3 |
| Cs133(MR) | 0.0017 | 0.0012 | 0.0025 | 0.0032 | 0.0079 | 0.0025 | 0.0028 | 0.0031 | 0.0022 | 71.0 |
| Ba138(MR) | 0.0009 | 0.0000 | 0.0005 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0002 | 0.0003 | 178.9 |
| La139(MR) | 0.0004 | 0.0004 | 0.0004 | 0.0020 | 0.0000 | 0.0001 | 0.0000 | 0.0005 | 0.0007 | 154.3 |
| Ce140(MR) | 0.0000 | 0.0000 | 0.0005 | 0.0005 | 0.0005 | 0.0002 | 0.0000 | 0.0003 | 0.0003 | 104.5 |
| Pr141(MR) | 0.0004 | 0.0005 | 0.0000 | 0.0005 | 0.0005 | 0.0003 | 0.0000 | 0.0003 | 0.0002 | 72.1 |
| Nd146(MR) | 0.0028 | 0.0000 | 0.0033 | 0.0000 | 0.0066 | 0.0001 | 0.0000 | 0.0018 | 0.0025 | 139.0 |
| Sm147(MR) | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0026 | 0.0002 | 0.0001 | 0.0004 | 0.0010 | 233.8 |
| Eu151(MR) | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0002 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0001 | 264.6 |
| Gd157(MR) | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0001 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 264.6 |
| Tb159(MR) | 0.0000 | 0.0005 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0005 | 0.0002 | 0.0000 | 0.0002 | 0.0002 | 138.3 |
| Dy163(MR) | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0060 | 0.0040 | 0.0011 | 0.0000 | 0.0016 | 0.0024 | 153.5 |
| Ho165(MR) | 0.0004 | 0.0005 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0002 | 0.0000 | 0.0002 | 0.0002 | 137.0 |
| Er166(MR) | 0.0010 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0001 | 0.0000 | 0.0002 | 0.0004 | 238.6 |
| Tm169(MR) | 0.0000 | 0.0009 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0003 | 0.0000 | 0.0002 | 0.0003 | 198.4 |
| Yb172(MR) | 0.0000 | 0.0071 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0080 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0022 | 0.0037 | 171.3 |
| Lu175(MR) | 0.0064 | 0.0105 | 0.0063 | 0.0097 | 0.0091 | 0.0067 | 0.0072 | 0.0080 | 0.0018 | 22.0 |
| Ta181(HR) | 0.6031 | 0.5569 | 0.5186 | 0.5293 | 0.5343 | 0.5327 | 0.5564 | 0.5473 | 0.0284 | 5.2 |
| W184(MR) | 0.2479 | 0.2866 | 0.3208 | 0.3049 | 0.2361 | 0.2568 | 0.2311 | 0.2692 | 0.0351 | 13.0 |
| Re185(MR) | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0003 | 0.0005 | 0.0001 | 0.0002 | 178.1 |
| Os189(MR) | 0.3956 | 0.3305 | 0.2904 | 0.3030 | 0.2830 | 0.1354 | 0.2019 | 0.2771 | 0.0852 | 30.7 |
| Ir191(HR) | 0.0418 | 0.0872 | 0.0251 | 0.0979 | 0.0975 | 0.0423 | 0.0892 | 0.0687 | 0.0310 | 45.1 |
| Pt198(HR) | 0.0004 | 0.0001 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 141.4 |
| Au197(HR) | 0.0527 | 0.0299 | 0.0514 | 0.0976 | 0.0644 | 0.0232 | 0.0541 | 0.0533 | 0.0243 | 45.6 |
| Hg202(MR) | 0.1382 | 0.2779 | 0.3369 | 0.3976 | 0.1685 | 0.1322 | 0.1201 | 0.2245 | 0.1121 | 50.0 |
| Tl203(MR) | 0.4511 | 0.2457 | 0.3662 | 0.1918 | 0.5140 | 0.1249 | 0.1127 | 0.2866 | 0.1592 | 55.6 |
| Pb208(MR) | 0.0779 | 0.0706 | 0.0603 | 0.0448 | 0.0523 | 0.0349 | 0.0421 | 0.0547 | 0.0157 | 28.7 |
| Bi209(HR) | 0.0037 | 0.0075 | 0.0038 | 0.0025 | 0.0086 | 0.0021 | 0.0098 | 0.0054 | 0.0031 | 57.7 |
| Th232(MR) | 0.0015 | 0.0000 | 0.0017 | 0.0018 | 0.0012 | 0.0011 | 0.0013 | 0.0012 | 0.0006 | 48.4 |
| U238(MR) | 0.0094 | 0.0112 | 0.0092 | 0.0084 | 0.0100 | 0.0082 | 0.0074 | 0.0091 | 0.0013 | 13.9 |

表10 2号高纯铪测试结果（昆明冶金研究院）

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 待测元素 |  | | | | | | | 平均值 | STD | RSD% |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | (mg/kg) |
| Li7(MR) | 0.0000 | 0.0004 | 0.0000 | 0.0007 | 0.0000 | 0.0007 | 0.0001 | 0.0003 | 0.0003 | 119.5 |
| Be9(MR) | 0.0006 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0013 | 0.0000 | 0.0005 | 0.0001 | 0.0004 | 0.0005 | 135.4 |
| B11(MR) | 0.0079 | 0.0028 | 0.0000 | 0.0007 | 0.0057 | 0.0015 | 0.0031 | 0.0031 | 0.0028 | 91.3 |
| F19(MR) | 0.1023 | 0.1127 | 0.1241 | 0.0398 | 0.0608 | 0.0678 | 0.0642 | 0.0817 | 0.0313 | 38.3 |
| Na23(MR) | 0.0000 | 0.0000 | 0.0087 | 0.0031 | 0.0038 | 0.0037 | 0.0042 | 0.0034 | 0.0030 | 88.1 |
| Mg24(MR) | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0000 | 0.0001 | 0.0002 | 0.0001 | 51.4 |
| Al27(MR) | 0.9221 | 0.8134 | 0.8404 | 0.7665 | 0.7819 | 0.7851 | 0.7429 | 0.8075 | 0.0595 | 7.4 |
| Si28(MR) | 0.4240 | 0.3770 | 0.3486 | 0.5703 | 0.3815 | 0.2536 | 0.2317 | 0.3695 | 0.1128 | 30.5 |
| P31(MR) | 0.0415 | 0.0378 | 0.0365 | 0.0548 | 0.0264 | 0.0110 | 0.0157 | 0.0320 | 0.0153 | 47.8 |
| S32(MR) | 1.2391 | 1.8844 | 1.3570 | 1.2823 | 1.5083 | 0.9413 | 0.8765 | 1.2984 | 0.3416 | 26.3 |
| Cl35(MR) | 1.2183 | 1.1119 | 1.0741 | 1.7568 | 1.1830 | 0.8542 | 0.8243 | 1.1461 | 0.3095 | 27.0 |
| K39(HR) | 0.0522 | 0.0415 | 0.0357 | 0.1008 | 0.1017 | 0.0247 | 0.0289 | 0.0551 | 0.0328 | 59.5 |
| Ca44(MR) | 0.0047 | 0.0025 | 0.0052 | 0.0041 | 0.0098 | 0.0043 | 0.0037 | 0.0049 | 0.0023 | 47.3 |
| Sc45(MR) | 0.0127 | 0.0175 | 0.0101 | 0.0171 | 0.0184 | 0.0180 | 0.0194 | 0.0162 | 0.0034 | 21.2 |
| Ti48(MR) | 2.1995 | 2.1926 | 2.2139 | 2.2658 | 2.3430 | 2.2796 | 2.1129 | 2.2296 | 0.0739 | 3.3 |
| V51(MR) | 0.0115 | 0.0102 | 0.0135 | 0.0023 | 0.0118 | 0.0096 | 0.0065 | 0.0093 | 0.0038 | 40.7 |
| Cr52(MR) | 0.5005 | 0.4707 | 0.5086 | 0.6262 | 0.6241 | 0.6426 | 0.3458 | 0.5312 | 0.1077 | 20.3 |
| Mn55(MR) | 0.0041 | 0.0042 | 0.0039 | 0.0039 | 0.0020 | 0.0023 | 0.0032 | 0.0034 | 0.0009 | 27.1 |
| Fe56(MR) | 10.3323 | 10.2317 | 10.1540 | 8.2871 | 8.4857 | 8.3994 | 8.3421 | 9.1760 | 0.9977 | 10.9 |
| Co59(MR) | 0.0083 | 0.0076 | 0.0069 | 0.0167 | 0.0182 | 0.0091 | 0.0079 | 0.0107 | 0.0047 | 44.0 |
| Ni60(MR) | 0.1909 | 0.1815 | 0.2001 | 0.1479 | 0.1763 | 0.1423 | 0.1257 | 0.1664 | 0.0278 | 16.7 |
| Cu63(MR) | 0.0624 | 0.0578 | 0.0602 | 0.0571 | 0.3500 | 0.1760 | 0.0327 | 0.1137 | 0.1141 | 100.3 |
| Zn66(MR) | 0.0465 | 0.0351 | 0.0297 | 0.0240 | 0.0237 | 0.0200 | 0.0247 | 0.0291 | 0.0091 | 31.2 |
| Ga71(HR) | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0013 | 0.0000 | 0.0028 | 0.0002 | 0.0006 | 0.0011 | 174.1 |
| Ge72(HR) | 0.0032 | 0.0066 | 0.0000 | 0.0055 | 0.0056 | 0.0029 | 0.0014 | 0.0036 | 0.0024 | 67.3 |
| As75(HR) | 0.0000 | 0.0070 | 0.0000 | 0.0087 | 0.0017 | 0.0061 | 0.0016 | 0.0036 | 0.0036 | 100.1 |
| Se82(HR) | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0001 | 0.0000 | 0.0000 | 264.6 |
| Br79(HR) | 0.0012 | 0.0015 | 0.0000 | 0.0029 | 0.0025 | 0.0017 | 0.0017 | 0.0016 | 0.0009 | 57.3 |
| Rb85(MR) | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0005 | 0.0000 | 0.0001 | 0.0002 | 0.0001 | 0.0002 | 158.4 |
| Sr88(MR) | 0.0003 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0004 | 0.0003 | 0.0007 | 0.0001 | 0.0003 | 0.0002 | 66.6 |
| Y89(MR) | 0.0001 | 0.0003 | 0.0001 | 0.0000 | 0.0003 | 0.0002 | 0.0000 | 0.0001 | 0.0001 | 102.2 |
| Zr91(MR) | 495.9053 | 491.2649 | 531.0772 | 373.1179 | 413.7398 | 408.8780 | 467.8931 | 454.5538 | 56.9726 | 12.5 |
| Nb93(MR) | 0.0012 | 0.0011 | 0.0012 | 0.0015 | 0.0011 | 0.0006 | 0.0009 | 0.0011 | 0.0003 | 24.9 |
| Mo95(MR) | 0.0246 | 0.0201 | 0.0166 | 0.0174 | 0.0223 | 0.0174 | 0.0157 | 0.0192 | 0.0033 | 17.1 |
| Ru101(MR) | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0001 | 0.0000 | 0.0000 | 264.6 |
| Rh103(MR) | 0.0000 | 0.0000 | 0.0003 | 0.0000 | 0.0003 | 0.0000 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 142.2 |
| Pd105(MR) | 0.0221 | 0.0178 | 0.0185 | 0.0154 | 0.0165 | 0.0076 | 0.0094 | 0.0153 | 0.0052 | 33.6 |
| Ag109(MR) | 0.0471 | 0.0157 | 0.0202 | 0.0318 | 0.0235 | 0.0266 | 0.0247 | 0.0271 | 0.0102 | 37.5 |
| Cd114(HR) | 0.0000 | 0.0016 | 0.0000 | 0.0033 | 0.0038 | 0.0072 | 0.0014 | 0.0025 | 0.0025 | 103.1 |
| In115(MR) | 0.0008 | 0.0007 | 0.0009 | 0.0091 | 0.0092 | 0.0071 | 0.0029 | 0.0044 | 0.0040 | 89.9 |
| Sn118(MR) | 0.0436 | 0.0582 | 0.0429 | 0.0524 | 0.0277 | 0.0547 | 0.0257 | 0.0436 | 0.0128 | 29.4 |
| Sb121(MR) | 0.0037 | 0.0020 | 0.0021 | 0.0182 | 0.0043 | 0.0062 | 0.0031 | 0.0057 | 0.0057 | 101.4 |
| Te128(MR) | 0.0015 | 0.0016 | 0.0017 | 0.0018 | 0.0057 | 0.0014 | 0.0009 | 0.0021 | 0.0016 | 77.4 |
| I127(MR) | 0.0020 | 0.0008 | 0.0008 | 0.0040 | 0.0036 | 0.0015 | 0.0025 | 0.0022 | 0.0013 | 58.3 |
| Cs133(MR) | 0.0005 | 0.0001 | 0.0013 | 0.0003 | 0.0001 | 0.0005 | 0.0001 | 0.0004 | 0.0004 | 102.4 |
| Ba138(MR) | 0.0000 | 0.0001 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0001 | 0.0001 | 99.5 |
| La139(MR) | 0.0000 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0017 | 0.0000 | 0.0002 | 0.0001 | 0.0003 | 0.0006 | 186.7 |
| Ce140(MR) | 0.0001 | 0.0001 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0001 | 0.0000 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 93.9 |
| Pr141(MR) | 0.0000 | 0.0002 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0001 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0001 | 187.8 |
| Nd146(MR) | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0005 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0002 | 217.4 |
| Sm147(MR) | 0.0000 | 0.0000 | 0.0005 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0001 | 0.0002 | 264.6 |
| Eu151(MR) | 0.0003 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0001 | 264.6 |
| Gd157(MR) | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0012 | 0.0009 | 0.0004 | 0.0001 | 0.0004 | 0.0005 | 130.3 |
| Tb159(MR) | 0.0000 | 0.0000 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0001 | 0.0000 | 0.0001 | 125.8 |
| Dy163(MR) | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0001 | 0.0000 | 0.0000 | 264.6 |
| Ho165(MR) | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0000 | 0.0000 | 171.7 |
| Er166(MR) | 0.0002 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0001 | 0.0000 | 0.0001 | 184.5 |
| Tm169(MR) | 0.0002 | 0.0001 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0002 | 0.0000 | 0.0002 | 0.0001 | 0.0001 | 101.3 |
| Yb172(MR) | 0.0020 | 0.0014 | 0.0000 | 0.0101 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0001 | 0.0019 | 0.0037 | 189.6 |
| Lu175(MR) | 0.0061 | 0.0069 | 0.0064 | 0.0057 | 0.0057 | 0.0064 | 0.0062 | 0.0062 | 0.0004 | 7.0 |
| Ta181(HR) | 0.1182 | 0.1137 | 0.1965 | 0.0989 | 0.1784 | 0.0824 | 0.0998 | 0.1268 | 0.0433 | 34.1 |
| W184(MR) | 0.0716 | 0.0896 | 0.0460 | 0.0357 | 0.0314 | 0.0288 | 0.0231 | 0.0466 | 0.0248 | 53.2 |
| Re185(MR) | 0.0008 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0003 | 0.0008 | 0.0002 | 0.0003 | 0.0004 | 123.5 |
| Os189(MR) | 0.0717 | 0.0721 | 0.0244 | 0.0642 | 0.0643 | 0.0563 | 0.0564 | 0.0585 | 0.0163 | 27.9 |
| Ir191(HR) | 0.0098 | 0.0020 | 0.0047 | 0.0017 | 0.0059 | 0.0017 | 0.0082 | 0.0049 | 0.0033 | 67.8 |
| Pt198(HR) | 0.0004 | 0.0010 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0001 | 0.0002 | 0.0004 | 175.5 |
| Au197(HR) | 0.0236 | 0.0013 | 0.0098 | 0.0011 | 0.0093 | 0.0089 | 0.0087 | 0.0089 | 0.0075 | 83.6 |
| Hg202(MR) | 0.0413 | 0.0709 | 0.0440 | 0.0652 | 0.0644 | 0.0379 | 0.0428 | 0.0523 | 0.0138 | 26.3 |
| Tl203(MR) | 0.0830 | 0.0561 | 0.0441 | 0.0806 | 0.0515 | 0.0287 | 0.0526 | 0.0567 | 0.0194 | 34.2 |
| Pb208(MR) | 0.0394 | 0.0299 | 0.0290 | 0.0179 | 0.0135 | 0.0154 | 0.0148 | 0.0228 | 0.0099 | 43.6 |
| Bi209(HR) | 0.0039 | 0.0064 | 0.0000 | 0.0013 | 0.0075 | 0.0014 | 0.0047 | 0.0036 | 0.0028 | 78.1 |
| Th232(MR) | 0.0004 | 0.0005 | 0.0002 | 0.0004 | 0.0002 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0003 | 0.0002 | 62.1 |
| U238(MR) | 0.0421 | 0.0421 | 0.0442 | 0.0568 | 0.0555 | 0.0605 | 0.0327 | 0.0477 | 0.0101 | 21.1 |

3.5.6 允许差

实验室之间分析结果的相对偏差应不大于表11所列的允许相对偏差。

表11 允许差

|  |  |
| --- | --- |
| 元素含量范围*w /* (µg/kg) | 允许相对偏差/% |
| 10～60 | 200 |
| ＞60～200 | 150 |
| ＞200～600 | 100 |
| ＞600～2000 | 50 |
| ＞2000～5000 | 20 |

4、标准水平分析

辉光放电质谱法测定高纯铪中杂质元素的方法是初次制定的分析方法。该方法具有多元素同时测定、灵敏高、检出限低等特点，能够满足高纯铪产品标准的要求，该标准基本达到国际先进水平。

5、与现行相关法律、法规、规章及相关标准的关系

本标准属于铪的化学分析方法标准，领域内没有强制性标准，本标准与现行法律、法规和相关标准相协调、无冲突。

6、专利及涉及知识产权

本文件起草过程中没有检索到专利和知识产权问题。

7、标准征求意见稿意见汇总与处理

在协同试验和标准预审过程中，征求的意见以及对意见的分析处理，见意见汇总表。

表6 意见汇总处理表

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 意见内容 | 提出单位 | 处理意见 | 备注 |
| 1 |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |
| 5 |  |  |  |  |
| 6 |  |  |  |  |
| 7 |  |  |  |  |

8、标准作为强制性或推荐性国家（或行业）标准的建议

本标准规定了高纯铪中杂质的测定方法，具有较好的适用性和科学性，可用于高纯铪产品分析，因此建议推荐为行业标准分析方法。

9、贯彻标准的要求和措施建议

建议高纯铪的生产和使用单位组织专项标准宣贯会进行系统的学习与贯彻实施，同时可向企业、公司和科研院校（所）推荐本标准。

10、废止现行有关标准的建议

本标准为新制定标准，不涉及其它标准的废止。

11、其它应予说明的事项

无

12、推广应用的预期效果

本标准是高纯铪分析方法标准，与高纯铪产品标准相配合，对我国高纯铪的生产、贸易具有较强的指导作用，弥补了高纯铪分析方法的空白，对于促进我国铪产品的生产、贸易具有重要意义。

国标（北京）检验认证有限公司

2018年8月