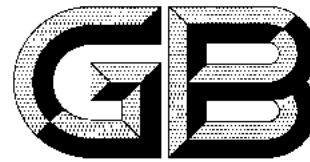


ICS 91.100.10
CCS Q 11



中华人民共和国国家标准

GB/T 43875—2024

水泥原材料中总铬的测定方法

Determination method of total chromium in cement raw materials



2024-04-25 发布

2024-11-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	Ⅲ
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 试验的基本要求	1
5 试剂和材料	2
6 仪器与设备	4
7 试样的制备	5
8 电感耦合等离子体发射光谱法	5
9 火焰原子吸收分光光度法	6
10 二苯基碳酰二肼分光光度法	7
11 允许差	9
12 方法检出限	9



前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国建筑材料联合会提出。

本文件由全国水泥标准化技术委员会(SAC/TC 184)归口。

本文件起草单位：中国国检测试控股集团股份有限公司、安徽海螺水泥股份有限公司、内蒙古蒙维科技有限公司、涑水金隅冀东环保科技有限公司、河北金隅鼎鑫水泥有限公司、嘉峪关祁连山水泥有限公司、葛洲坝石门特种水泥有限公司、广灵金隅水泥有限公司、重庆市九龙万博新材料科技有限公司、陵川金隅冀东环保科技有限公司、济源中联水泥有限公司、江苏横山南方水泥有限公司、江苏山河水泥有限公司、南方水泥有限公司、日照中联港口水泥有限公司、天津水泥工业设计研究院有限公司、浙江红狮环保股份有限公司、山东东源新材料科技有限公司、常山江山虎水泥有限公司、安徽美诺福科技有限公司、宁夏中测计量测试检验院(有限公司)、内蒙古伊东冀东水泥有限公司、内蒙古蒙西水泥股份有限公司、唐山冀东水泥股份有限公司唐山分公司、乌海市西水水泥有限责任公司、广西都安西江鱼峰水泥有限公司、山东崇正特种水泥有限公司、东平中联水泥有限公司、保定太行和益环保科技有限公司、台泥(英德)水泥有限公司、山西亚美建筑工程材料有限责任公司、甘肃京兰水泥有限公司、上海云必科技有限公司、嘉华特种水泥股份有限公司、云南省建筑材料产品质量检验研究院、冀东水泥铜川有限公司。

本文件主要起草人：王伟、张庆华、王瑞海、李群峰、谢发权、古小华、戴平、张东华、刘杰、张智慧、郭猛、王利涛、张浩、蒋朝晖、郭伍、陈国友、杨凯瑞、韩彦峰、沈宝明、夏晓松、曹金培、仇红梅、刘加海、刘涛、王江根、李春萍、王娜、陈波、张大春、赵俊辉、雷震、何彪、赵宁、王学民、吴端静、呼志刚、殷翠玲、张文华、王志通、邵成功、王修常、陈敬、巫丽婵、张波、向长淮、李安林、陈雪梅、朱殊、和立新、翟胜利、李胜保、崔杰、曹建明、彭学平、黄敏锐、周刚、张建华、蓝承科、牛海龙、蓝伟、种娜、盛昆、秦洁、卢娟娟、崔健、王雅兰、姜浩、高丹丹、宋来申、刘波、王长安。

水泥原材料中总铬的测定方法

1 范围

本文件规定了电感耦合等离子体发射光谱法、火焰原子吸收分光光度法和二苯基碳酰二肼分光光度法测定水泥原材料中总铬含量的方法。

本文件适用于水泥原材料中总铬的测定方法。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 2007.1 散装矿产品取样、制样通则 手工取样方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

JJG 196 常用玻璃量器检定规程

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 试验的基本要求

4.1 试验次数与要求

每一试样采用本文件所列方法独立测定两次，两次结果的绝对差值在同一实验室允许差（见表5）内，用两次试验结果的平均值表示测定结果。

4.2 质量、体积、滴定度和结果的表示

质量用“克(g)”表示，精确至0.000 1 g。滴定管的体积用“毫升(mL)”表示，读数精确至0.01 mL。

分析结果均以毫克每千克(mg/kg)计，当结果小于1 000 mg/kg时，结果保留至小数点后一位；当结果大于或等于1 000 mg/kg时，结果保留四位有效数字。

数值的修约按GB/T 8170的规定。

4.3 空白试验

随同试样测定进行空白试验。不加入试样，按照相同的测定步骤进行试验和使用相同量的试剂，对得到的测定结果进行校正。

4.4 通则

除另有说明外，电感耦合等离子体发射光谱法、火焰原子吸收分光光度法所用试剂应不低于优级

纯,所用水应不低于 GB/T 6682 中规定的二级水;二苯基碳酰二肼分光光度法所用试剂应不低于分析纯,所用水应不低于 GB/T 6682 中规定的三级水。

本文件所列市售浓液体试剂的密度指 20 °C 的密度(ρ),单位为克每立方厘米(g/cm^3)。

在化学分析中,所用酸或氨水,凡未注浓度者均指市售的浓酸或浓氨水。

用体积比表示试剂稀释程度,例如:盐酸(1+5)表示 1 份体积的浓盐酸与 5 份体积的水相混合。

配制铬标准溶液应采用重铬酸钾($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$,基准试剂)进行配制,或采用有证标准样品/标准物质。

5 试剂和材料

5.1 盐酸(HCl)

1.18 g/cm^3 ~ 1.19 g/cm^3 ,质量分数为 36% ~ 38%。

5.2 硝酸(HNO_3)

1.39 g/cm^3 ~ 1.41 g/cm^3 ,质量分数为 65% ~ 68%。

5.3 氢氟酸(HF)

1.15 g/cm^3 ~ 1.18 g/cm^3 ,质量分数为 40%。

5.4 硫酸(H_2SO_4)

1.84 g/cm^3 ,质量分数为 95% ~ 98%。

5.5 无水乙醇($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$)

无水乙醇的体积分数不低于 99.5%。

5.6 乙醇

乙醇的体积分数为 95%。

5.7 盐酸溶液

盐酸(1+1);(1+5)

5.8 硫酸溶液

硫酸(1+1);(1+2);(1+6)



5.9 碳酸钠—硼砂混合熔剂(2+1)

将 2 份质量的无水碳酸钠(Na_2CO_3)与 1 份质量的无水硼砂($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$)混匀研细,贮存于密封瓶中。

5.10 氢氧化钾(KOH)

固体,密封保存。

5.11 硫酸银溶液(2 g/L)

将 0.2 g 硫酸银(Ag_2SO_4)溶于水中,加入 1 mL 硫酸(1+1),加水稀释至 100 mL,贮存于棕色

瓶中。

5.12 过硫酸铵溶液(200 g/L)

将 20 g 过硫酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8]$ 溶于水中,加水稀释至 100 mL。此溶液在一周内使用。

5.13 硼酸饱和溶液

将硼酸(H_3BO_3)加入常温水中,用玻璃棒不断搅拌,使其充分溶解,直至硼酸不再溶解。

5.14 二苯基碳酰二肼溶液(2.5 g/L)

称取 0.25 g 二苯基碳酰二肼($\text{C}_{13}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}$)溶于 100 mL 无水乙醇(见 5.5)中,充分搅拌,使其完全溶解,贮存于棕色瓶中。此溶液在一周内使用。

5.15 铬标准溶液

5.15.1 铬标准贮存溶液(50 mg/L)

称取 0.141 4 g 已在 140 °C 烘过 2 h 的重铬酸钾($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, 基准试剂),精确至 0.000 1 g,用少量水溶解后,转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此标准贮存溶液铬(VI)的浓度为 50 mg/L。

5.15.2 铬标准溶液(5 mg/L)

吸取 50.00 mL 铬标准贮存溶液(见 5.15.1)放入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此标准溶液铬(VI)的浓度为 5 mg/L。此标准溶液有效期为 6 个月。

5.15.3 工作曲线的绘制

5.15.3.1 用于电感耦合等离子体发射光谱法的工作曲线的绘制

吸取 50 mg/L 的铬标准贮存溶液(见 5.15.1)0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、10.00 mL 和 20.00 mL 分别放入 100 mL 容量瓶中,加入 3 mL 盐酸溶液(1+1),用水稀释至标线,摇匀。将电感耦合等离子体发射光谱仪(见 6.8)调节至仪器规定的稳定工作状态,根据使用的仪器型号,选择适当的工作参数(如功率,观察高度,清洗时间等),推荐使用波长 267.7 nm 处,测定溶液铬元素的发射光谱强度。用发射光谱强度作为相对应的铬标准溶液浓度的函数,绘制工作曲线。溶液中铬的浓度分别为 0 mg/L、0.50 mg/L、1.0 mg/L、2.0 mg/L、5.0 mg/L 和 10.0 mg/L。工作曲线的浓度范围可根据测定实际需要进行调整。

5.15.3.2 用于火焰原子吸收光谱法的工作曲线的绘制

吸取 50 mg/L 的铬标准贮存溶液(见 5.15.1)0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL 和 8.00 mL 分别放入 100 mL 容量瓶中,加入 3 mL 盐酸溶液(1+1),用水稀释至标线,摇匀。将原子吸收分光光度计(见 6.9)调节至最佳工作状态,在空气-乙炔火焰中,用铬元素空心阴极灯,于波长 357.9 nm 处,以水校零测定溶液的吸光度,用测得的吸光度作为相对应的铬标准溶液浓度的函数,绘制工作曲线。溶液中铬的浓度分别为 0 mg/L、0.50 mg/L、1.0 mg/L、2.0 mg/L、3.0 mg/L 和 4.0 mg/L。

5.15.3.3 用于分光光度法的工作曲线的绘制

移取 5 mg/L 的铬标准贮存溶液(见 5.15.2)0 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL 和 15.00 mL 分别放入 50 mL 容量瓶中,加水稀释至 20 mL,依次加入 3 mL 硫酸溶液(1+6)和 5 mL 二苯

基碳酰二肼溶液(见 5.14),晃动 20 s 左右,立即用水稀释至标线,摇匀,马上使用分光光度计(见 6.10),10 mm 比色皿,于波长 540 nm 处,以水作参比测定溶液的吸光度(测定完一个溶液后再加显色剂测定下一个溶液)。用测得的吸光度作为相对应的铬标准溶液浓度的函数,绘制工作曲线。溶液中铬的浓度分别为 0 mg/L、0.1 mg/L、0.2 mg/L、0.5 mg/L、1.0 mg/L 和 1.5 mg/L。

5.16 酚酞指示剂溶液(10 g/L)

将 1 g 酚酞溶于 100 mL 乙醇(见 5.6)中。

6 仪器与设备

6.1 分析天平

量程不小于 200 g,分度值不大于 0.000 1 g。

6.2 镍坩埚

带盖,容量约 50 mL。

6.3 铂皿

容量 50 mL~100 mL。

6.4 玻璃容量器皿

滴定管、容量瓶、移液管,符合 JJG 196 中的 A 类要求。

6.5 微波消解仪

具有温度控制和程序升温功能。配备微波能够透过、耐腐蚀的惰性材料制成的罐(如聚四氟乙烯消解罐)。

6.6 赶酸仪

具有温度控制的功能。

6.7 温控电热板



可控制温度在 400 °C 以内。

6.8 电感耦合等离子体发射光谱仪

应配备耐高盐、耐氢氟酸雾化器和相应的雾化室。

6.9 原子吸收分光光度计

配有火焰原子化器,并配有铬空心阴极灯。

6.10 分光光度计

可在波长 400 nm~800 nm 范围内测定溶液的吸光度,带有 10 mm 比色皿。

6.11 干燥箱

可控制温度 45 °C,控制范围±3 °C 以内、105 °C~110 °C、140 °C,控制范围±5 °C 以内。

6.12 干燥器

内装变色硅胶。

7 试样的制备

试样应具有代表性和均匀性,按 GB/T 2007.1 方法取样。试样经破碎、粉磨后采用四分法或缩分器将试样缩分至约 100 g,使其全部通过一定孔径的方孔筛(水泥熟料、石灰石和石膏用 150 μm 方孔筛,其他原材料用 80 μm 方孔筛),充分混匀,装入试样瓶中,试样分析前在 105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 干燥箱(见 6.11)中干燥 2 h,盖好试样瓶盖子,放入干燥器(见 6.12)中冷却至室温,供测定用。水泥熟料、石膏不用烘样。必要时,石膏在 45 $^{\circ}\text{C}$ 干燥,报告中出具石膏中总铬的干燥基结果,并注明。制备和保存过程应避免试样的污染。

8 电感耦合等离子体发射光谱法

8.1 方法提要

用酸分解法或微波消解法分解试样,溶液用电感耦合等离子体发射光谱法测定铬元素的发射光谱强度。在有争议时,以电感耦合等离子体发射光谱法为准。

8.2 分析步骤

8.2.1 试样溶液的制备

8.2.1.1 酸分解法

称取 0.2 g 试样(m_1),精确至 0.000 1 g,置于铂皿(或聚四氟乙烯器皿)中,加入少量水润湿,摇动并使试料分散,加入 10 mL 氢氟酸(见 5.3)、3 mL 硫酸溶液(1+1)和 10 mL 硝酸(见 5.2),将铂皿放入通风橱内的温控电热板(见 6.7)上低温加热,近干时摇动铂皿,以防溅失,待氢氟酸驱尽后逐渐升高温度,继续加热至三氧化硫白烟冒尽,取下冷却,加入 2 mL~3 mL 盐酸和 30 mL~40 mL 热水,用胶头擦棒压碎残渣使其分散,加热浸取 15 min~20 min,用胶头擦棒擦洗铂皿,用中速滤纸过滤,以热水充分洗涤,滤液及洗液收集于 100 mL 容量瓶(V_1)中,冷却至室温,用水稀释至标线,摇匀。

8.2.1.2 微波消解法

称取 0.2 g 试样(m_2),精确至 0.000 1 g,置于消解罐中,加入 5 mL 水润湿,使试样分散,依次加入 6 mL 盐酸(见 5.1)、2 mL 硝酸(见 5.2)、2 mL 氢氟酸(见 5.3),摇动,待反应结束后将消解罐密封,置于微波消解仪(见 6.5)中,安装固定后加热至 180 $^{\circ}\text{C}$,保温 30 min。待罐内温度降至室温后在通风橱中取出,缓慢泄压放气,打开消解罐盖。加入 12 mL 硼酸饱和溶液(见 5.13),放入已升温至 90 $^{\circ}\text{C}$ ~150 $^{\circ}\text{C}$ 的赶酸仪(见 6.6)中继续保温 60 min 左右,直至试样全部消解(不要蒸干),然后用中速滤纸过滤,以热水充分洗涤,滤液及洗液收集于 100 mL 容量瓶(V_2)中,冷却至室温,用水稀释至标线,摇匀。

8.2.1.3 残渣的熔融

若在 8.2.1.1 或 8.2.1.2 分解试样操作中看到有明显的残渣,并怀疑残渣含有铬元素,应将残渣和滤纸一并移入铂坩埚中,在电炉上灰化完全后,残渣用 1.2 g 碳酸钠-硼砂混合熔剂(见 5.9)在 950 $^{\circ}\text{C}$ 下熔融 5 min~10 min,将坩埚放入已盛有 10 mL 盐酸溶液(1+5)及 60 mL~70 mL 水并加热至微沸的

200 mL 烧杯中浸取,然后用中速滤纸过滤于 100 mL 容量瓶中,冷却、定容后检测其铬含量。将残渣和主液的测定结果加和。

8.2.2 测定

按表 1 分取 8.2.1.1 或 8.2.1.2 的试样溶液(V_4)。

表 1 试样溶液的分取体积

铬的含量范围 mg/kg	分取试料溶液的体积 mL
0~5 000	直接测定溶液
5 000~20 000	25.00
>20 000	适当减少分取试样溶液的体积 或减少称样量

将分取的试样溶液放入 100 mL 容量瓶(V_5),加入 3 mL 盐酸溶液(1+1),用水稀释至标线,摇匀。

根据使用的电感耦合等离子体发射光谱仪(见 6.8)的型号,选择适当的工作参数(如功率、观察高度、清洗时间等),推荐使用波长 267.7 nm 处,在与 5.15.3.1 相同的仪器条件下测定溶液的吸光度,在工作曲线(见 5.15.3.1)上查出铬的浓度(c_1)。

8.3 结果的计算与表示

水泥原材料中总铬的含量 ω_1 以质量分数表示,直接测定溶液按公式(1)计算,分取溶液按公式(2)计算:

$$\omega_1 = c_1 \times \frac{V_3}{m_3} \dots\dots\dots(1)$$

$$\omega_1 = c_1 \times \frac{V_5}{V_4} \times \frac{V_3}{m_3} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- ω_1 ——水泥原材料中总铬的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- c_1 ——扣除空白试验值后测定溶液中铬的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- V_3 ——8.2.1.1(V_1)或 8.2.1.2(V_2)中试料溶液的总积,单位为毫升(mL);
- m_3 ——8.2.1.1(m_1)或 8.2.1.2(m_2)中试料的质量,单位为克(g);
- V_5 ——测定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_4 ——分取溶液的体积,单位为毫升(mL)。

9 火焰原子吸收分光光度法

9.1 方法提要

用酸分解法或微波消解法分解试样,溶液用火焰原子吸收分光光度法测定,在空气-乙炔火焰中,于波长 357.9 nm 处测定溶液的吸光度。

9.2 分析步骤

9.2.1 试样溶液的制备

按 8.2.1.1 或 8.2.1.2 制备试样溶液。

9.2.2 测定

按表 2 分取 8.2.1.1 或 8.2.1.2 的试样溶液(V_6)。

表 2 试样溶液的分取体积

铬的含量范围 mg/kg	分取试料溶液的体积 mL
0~2 000	直接测定溶液
2 000~8 000	25.00
>8 000	适当减少分取试样溶液的体积 或减少称样量

将分取的试样溶液放入 100 mL 容量瓶(V_7),加入 3 mL 盐酸溶液(1+1),用水稀释至标线,摇匀。

用原子吸收分光光度计(见 6.9),在空气-乙炔火焰中,用铬空心阴极灯,于波长 357.9 nm 处,在与 5.15.3.2 相同的仪器条件下测定溶液的吸光度,在工作曲线(见 5.15.3.2)上查出铬的浓度(c_2)。

9.3 结果的计算与表示

水泥原材料中总铬的含量 ω_2 以质量分数表示,直接测定溶液按公式(3)计算,分取溶液按公式(4)计算:

$$\omega_2 = c_2 \times \frac{V_3}{m_3} \quad \dots\dots\dots(3)$$

$$\omega_2 = c_2 \times \frac{V_7}{V_6} \times \frac{V_3}{m_3} \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

ω_2 ——水泥原材料中总铬的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c_2 ——扣除空白试验值后测定溶液中铬的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V_3 ——8.2.1.1(V_1)或 8.2.1.2(V_2)中试料溶液的总体积,单位为毫升(mL);

V_6 ——分取溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_7 ——测定溶液的体积,单位为毫升(mL);

m_3 ——8.2.1.1(m_1)或 8.2.1.2(m_2)中试料的质量,单位为克(g)。

10 二苯基碳酰二肼分光光度法

10.1 方法提要

用碱熔融试样,用热水浸出熔体,定容、过滤后,在酸性溶液中使用过硫酸铵将三价铬氧化成六价铬,六价铬与二苯基碳酰二肼反应生成紫红色配合物,于波长 540 nm 处测定溶液的吸光度。

10.2 分析步骤

10.2.1 试样溶液的制备

按表 3 称取试样(m_4),精确至 0.000 1 g。

表 3 称取试样量

试样	称取试样量 g
水泥原材料(不包括铁质原料、钢渣)	0.50
铁质原料、钢渣	0.30

将试样置于镍坩锅中,加入 6 g 氢氧化钾(见 5.10),盖上坩锅盖,并留有缝隙,放在控温电炉上低温加热,待熔融后升高温度,继续在较高的温度下熔融 30 min~40 min,其间摇动 2 次~3 次,取下,冷却,用温水将熔体全部浸出到 200 mL 烧杯中,用 3 mL~4 mL 硫酸(1+6)洗净坩锅,溶液体积控制在 70 mL 以下,加热煮沸,滴加 5 滴~6 滴乙醇(见 5.6),并继续加热微沸 1 min~2 min,冷却后连同其沉淀物一起转移入 100 mL 容量瓶(V_8),用水稀释至标线,摇匀。静置使沉淀物沉降,将溶液用快速滤纸干过滤于干燥的小烧杯中。

10.2.2 氧化

按表 4 分取 10.2.1 的试样溶液(V_9)。

表 4 试样溶液的分取体积

试样	铬的含量范围 mg/kg	分取试样溶液的体积 mL
水泥原材料(不包括铁质原料、钢渣)	0~600	50.00
	600~1 200	25.00
	1 200~3 000	10.00
	>3 000	适当减少分取试样溶液的体积 或减少称样量
铁质原料、钢渣	0~1 000	50.00
	1 000~2 000	25.00
	2 000~5 000	10.00
	>5 000	适当减少分取试样溶液的体积 或减少称样量

将分取的试样溶液放入 200 mL 烧杯中(如分取试样溶液不足 50 mL,应加水稀释至 50 mL),加入 2 滴酚酞指示剂溶液(见 5.16),在搅拌下滴加硫酸溶液(1+2)至红色消失且溶液澄清,然后依次加入 5 mL 硫酸溶液(1+6)、5 mL 硫酸银溶液(见 5.11)、5 mL 过硫酸铵溶液(见 5.12)。盖上表面皿,加热煮沸,并微沸至溶液体积 25 mL~35 mL,取下冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶(V_{10})中(有沉淀用中速滤纸过滤)。

10.2.3 比色

加入 10 mL 二苯基碳酰二肼溶液(见 5.14),晃动 20 s 左右,立即用水稀释至标线,摇匀,马上使用分光光度计(见 6.10),10 mm 比色皿,于波长 540 nm 处,以水作参比测定溶液的吸光度(测定完一个溶液后再加显色剂测定下一个溶液)。在工作曲线(见 5.15.3.3)上查出铬(VI)的浓度(c_3),单位为 mg/L。

10.3 结果的计算与表示

水泥原材料中总铬的含量 w_3 以质量分数表示,并按公式(5)计算:

$$w_3 = c_3 \times \frac{V_{10}}{V_9} \times \frac{V_8}{m_4} \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- w_3 ——水泥原材料中总铬的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- c_3 ——扣除空白试验值后 100 mL 测定溶液中铬的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- V_8 ——试样溶液的总体积,单位为毫升(mL);
- V_9 ——分取试样溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_{10} ——测定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- m_4 ——试料的质量,单位为克(g)。

11 允许差

本文件所列允许差均为绝对偏差,以毫克每千克(mg/kg)表示。

同一实验室的允许差指同一分析实验室同一分析人员(或两个分析人员),采用本文件所列方法分析同一试样时,两次分析结果应符合允许差(见表 5)规定。如超出允许范围,应在短时间内进行第三次测定(或第三者的测定),测定结果与前两次或任一次分析结果之差值符合允许差规定时,则取其平均值,否则,应查找原因,重新按上述规定进行分析。

不同实验室的允许差指两个实验室采用本文件所列方法对同一试样各自进行分析时,所得分析结果的平均值之差应符合允许差(见表 5)规定。如有争议应商定另一单位按本文件进行仲裁分析。

表 5 总铬测定结果的允许差

单位为毫克每千克

总铬含量范围	同一实验室允许差	不同实验室允许差
≤100	10.0	20.0
100~250	20.0	30.0
250~500	30.0	50.0
500~1 000	50.0	100.0
1 000~2 000	100	200
2 000~5 000	200	300
5 000~10 000	300	500

12 方法检出限

当检测方法与本文件无明显差异时,各种方法对不同元素的方法检出限见表 6。

表 6 方法检出限

单位为毫克每升

元素	电感耦合等离子体发射光谱法检出限	火焰原子吸收光谱法检出限
Cr	0.01	0.05