



中华人民共和国国家标准

GB/T 4710.12-202X

钛铁 硅、锰、磷、铬、铝、镁、铜、 钒、镍含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Ferrotitanium-Determination of silicon, manganese, phosphorus, chromium,
aluminum, magnesium, copper, vanadium, and nickel content—
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method

(征求意见稿)

202X-XX-XX 发布

202X-XX-XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会

发布

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。

本文件是GB/T 4710的第12部分。GB/T 4710已经发布了以下部分：

- 第1部分：钛铁 钛含量的测定 硫酸铁铵滴定法；
- 第2部分：钛铁 硅含量的测定 硫酸脱水重量法；
- 第3部分：钛铁 铜含量的测定 铜试剂光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第4部分：钛铁 锰含量的测定 亚砷酸盐 亚硝酸盐滴定法和高碘酸盐光度法；
- 第5部分：钛铁化学分析方法 高碘酸盐光度法测定锰量；
- 第6部分：钛铁 铝含量的测定 EDTA滴定法；
- 第7部分：钛铁 磷含量的测定 钼磷钼蓝分光光度法和钼蓝分光光度法；
- 第8部分：钛铁 碳含量的测定 红外线吸收法；
- 第9部分：钛铁化学分析方法 库仑法测定碳量；
- 第10部分：钛铁 硫含量的测定 红外线吸收法和燃烧中和滴定法；
- 第11部分：钛铁化学分析方法 燃烧中和滴定法测定硫量。

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。

本文件由中国钢铁工业协会提出。

本文件由全国生铁及铁合金标准化技术委员会（SAC/TC318）归口。

本文件主要起草单位：

本文件主要起草人：

引 言

由于钛铁检测过程中涉及到的检测元素较多，元素的适用范围以及适用方法各不相同。为了保证钛铁检测标准的方便及准确，针对钛铁不同元素的分析方法，已经建立了支撑钛铁检测的国家标准体系。GB/T 4710（所有部分）是我国钛铁检测的基础标准，拟由以下十二部分构成。但有些部分已经废止，在使用过程中需要注意。

- GB/T 4710.1—2009 《钛铁 钛含量的测定 硫酸铁铵滴定法》。
- GB/T 4710.2—2009 《钛铁 硅含量的测定 硫酸脱水重量法》。
- GB/T 4710.3—2009 《钛铁 铜含量的测定 铜试剂光度法和火焰原子吸收光谱法》。
- GB/T 4710.4—2008 《钛铁 锰含量的测定 亚砷酸盐 亚硝酸盐滴定法和高碘酸盐光度法》。
- GB/T 4710.5—1984 《钛铁化学分析方法 高碘酸盐光度法测定锰量》；该标准已经废止。
- GB/T 4710.6—2008 《钛铁 铝含量的测定 EDTA滴定法》。
- GB/T 4710.7—2009 《钛铁 磷含量的测定 钼磷钼蓝分光光度法和钼蓝分光光度法》。
- GB/T 4710.8—2009 《钛铁 碳含量的测定 红外线吸收法》。
- GB/T 4710.9—1988 《钛铁化学分析方法 库仑法测定碳量》，该标准已经废止。
- GB/T 4710.10—2008 《钛铁 硫含量的测定 红外线吸收法和燃烧中和滴定法》。
- GB/T 4710.11—1988 《钛铁化学分析方法 燃烧中和滴定法测定硫量》，该标准已经废止。
- GB/T 4710.12—XXXX 《钛铁 硅、锰、磷、铬、铝、镁、铜、钒、镍含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》。

钛铁 硅、锰、磷、铬、铝、镁、铜、钒、镍含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

警告——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康保护措施，并符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件描述了用电感耦合等离子体原子发射光谱法（ICP-AES）测定硅、锰、磷、铬、铝、镁、铜、钒、镍元素的含量。

本文件适用于分析钛铁中硅、锰、磷、铬、铝、镁、铜、钒、镍含量的测定，各元素测定范围见表1。

表1 各元素测定范围

元素	含量范围（质量分数）/%
Si	0.10~6.0
Mn	0.05~3.0
P	0.005~0.10
Cr	0.02~0.40
Al	0.20~12.50
Mg	0.01~0.40
Cu	0.01~0.60
V	0.01~0.80
Ni	0.01~0.30

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 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 6379.1 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第1部分：总则与定义

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 8170 数值修约规则于极限数值的表示和判定

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶

GB/T 12807 实验室玻璃仪器 分度吸量管

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试料在微波消解仪或常温条件下，采用盐酸、氢氟酸混合酸分解，试液稀释至规定体积。选用合适的雾化器和雾化室，试液经电感耦合等离子体发射光谱仪雾化进样系统将试液引入等离子体内，在高温作用下试样溶液中的待测元素被蒸发、解离、原子化并被激发发射出各自的特征光谱，经分光系统色散后，检测其特征谱线的信号强度，或对钪的相对强度，在校准曲线上，计算出分析元素的质量分数。

5 试剂

分析中除另有说明外，仅使用优级纯及以上纯度的试剂和符合GB/T6682规定的实验室二级及以上用水。

5.1 金属钛，待测元素含量低于0.001%（质量分数）。

5.2 纯铁（≥99.98%或分析元素已知）。

5.3 硝酸， ρ 约1.42 g/mL。

5.4 盐酸， ρ 约1.19 g/mL。

5.5 氢氟酸， ρ 约1.15 g/mL。

5.6 过氧化氢， ρ 约1.10 g/mL。

5.7 标准溶液

5.7.1 硅标准储备溶液

5.7.1.1 硅标准储备溶液，1.0 mg/mL

称取0.5000 g高纯硅（质量分数不低于99.95%），精确至0.0001 g。置于250 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入100 mL水，在不加热的条件下，缓慢加入30 mL氢氟酸（5.5）和3 mL硝酸（5.3）溶解。将溶液定量转移至500 mL塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

或称取1.5858 g六氟硅酸铵（质量分数不小于99.99%），置于250 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入100 mL水，10 mL硝酸（5.3），至溶解完全，滴加10 mL氢氟酸（5.5），将溶液转移至250 mL塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

5.7.2 锰标准储备溶液

5.7.2.1 锰标准储备溶液，1.0 mg/mL

称取1.0000 g电解锰（纯度不低于99.95%）于250 mL烧杯中，加30 mL硝酸（5.3），加热溶解，煮沸驱尽氮氧化物，冷却至室温，移入1L容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

5.7.2.2 锰标准储备溶液，100.0 μ g/mL

分取10.00 mL锰标准储备液（5.7.2.1）于100 mL容量瓶中，加20 mL盐酸（5.4），以水稀释至刻度，混匀。

5.7.3 磷标准储备溶液

5.7.3.1 磷标准储备溶液，1.0 mg/mL

称取4.3936 g预先在105°C灼烧1h并于干燥器中冷却至室温的磷酸二氢钾（纯度不低于99.99%），置于500mL烧杯中，加入适量水加热煮沸溶解完全，冷却至室温后转移到1L容量瓶，用水稀释至刻度，混匀。

5.7.3.2 磷标准储备溶液，100.0 µg/mL

分取10.00 mL磷标准储备液（5.7.3.1）于100mL容量瓶中，加20 mL盐酸（5.4），以水稀释至刻度，混匀。

5.7.4 铬标准储备溶液

5.7.4.1 铬标准储备溶液，1.0 mg/mL

称取1.0000 g的金属铬（纯度不低于99.99%）置于500mL烧杯中，加入50 mL盐酸（5.4）加热溶解完全，冷却至室温后转移到1L容量瓶，用水稀释至刻度，混匀。

5.7.5 铝标准储备溶液

5.7.5.1 铝标准储备溶液，2.0 mg/mL

称取2.0000 g的金属铝（纯度不低于99.95%）置于500mL烧杯中，加入50 mL盐酸（5.4），低温加热溶解完全，冷却至室温后转移到1L容量瓶，用水稀释至刻度，混匀。

5.7.6 镁标准储备溶液

5.7.6.1 镁标准储备溶液，1.0 mg/mL

称取1.6583 g预先于850°C灼烧30min并于干燥器中冷却至室温的高纯氧化镁（纯度不低于99.99%），置于500 mL烧杯中，加20 mL水，混匀，盖上表面皿，加入20 mL盐酸（5.4），低温加热溶解完全，冷却至室温后转移到1L容量瓶，用水稀释至刻度，混匀。

5.7.7 铜标准储备溶液，1.0mg/mL

称取1.0000 g的金属铜（纯度不低于99.95%）置于500 mL烧杯中，加入30mL硝酸（5.3）加热溶解完全，冷却至室温后转移到1L容量瓶，用水稀释至刻度，混匀。

5.7.8 钒标准储备溶液，钒标准储备溶液，1.0 mg/mL

称取0.8926 g预先在110°C烘4 h后于干燥器中冷却至室温的五氧化二钒（质量分数大于99.9%），置于500 mL烧杯中，加入50 mL盐酸（5.4），滴加过氧化氢（5.6）加热溶解，煮沸，冷却至室温后，转移到500 mL容量瓶，用水稀释至刻度，混匀。

5.7.9 镍标准储备溶液，1.0 mg/mL

称取1.0000 g金属镍（纯度不低于99.95%）于250 mL烧杯中，加30 mL硝酸（5.3），加热溶解，煮沸驱尽氮氧化物，冷却至室温，移入1L容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

5.7.10 钇标准储备溶液，1.0 mg/mL

称取1.2699 g三氧化二钇（纯度不低于99.9%），预先经1000°C灼烧1h后，置于干燥器中，冷却至室温），置于500 mL烧杯中，加入30 mL盐酸（5.4），加热溶解。冷却至室温，移入1L容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

6 仪器

6.1 容量瓶和吸量管

分析中所用容量瓶和吸量管应符合GB/T12806、GB/T12807、GB/T12808的要求

6.2 电感耦合等离子体原子发射光谱仪

6.2.1 需配备耐氢氟酸雾化器和雾化室。

6.2.2 本标准可以使用任何型号的电感耦合等离子体原子发射光谱仪，根据制造商的建议和实验室定量分析操作来初始调节电感耦合等离子体原子发射光谱仪，并按8.4.3优化后，按附录A进行性能试验，并且达到推荐技术要求。

本标准不指定特殊的分析谱线，推荐使用的分析谱线参见附录B中的表B.1，这些谱线不受基体元素明显干扰，也可采用其他分析谱线。在采用这些分析谱线（包括推荐分析谱线）之前，应仔细检查光谱干扰情况、背景校正位置，如果不能满足建议的性能参数，表明可能有干扰。

6.2.3 短期稳定性：较短时间内连续测量待测元素的校准曲线的最高浓度的绝对强度或相对强度10次，计算测量的绝对强度或相对强度的相对标准偏差不应超过1.0%。

6.2.4 长期稳定性：每隔20min测定3次每个元素最高浓度的校准溶液的绝对强度或相对强度的平均值，计算7个平均值的标准偏差，绝对强度法相对标准偏差小于2%，内标法相对标准偏差小于1.5%。

6.2.5 曲线的线性：校准曲线的线性通过计算相关系数进行检查，相关系数要求应大于0.999。

7 取样和制样

按GB/T 4010规定进行试样的采取和制备，试样应全部通过0.125mm筛孔。

8 试验步骤

8.1 测定次数

对同一个试样至少进行2次独立分析。

8.2 试料量

称取试样0.3g，精确到0.0001g。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验测定，所用试剂应取自同一试剂瓶。

8.4 分解试液的制备

8.4.1 溶样方法 I—微波消解法

8.4.1.1 此溶样方法适用于钛铁合金中硅、锰、铬、铝、镁、铜、钒、镍元素含量的测定。

8.4.1.2 将试料置于氟塑料高压消解罐中，加入5 mL水冲洗消解罐内壁并润散试样，加入8 mL盐酸（5.4），缓慢滴加氢氟酸（5.5）1 mL，待剧烈反应停止后加入硝酸（5.3）2 mL，加盖，放入微波消解仪中，运行预先设定的消解程序。消解程序结束后，冷却至室温打开消解罐，将溶液转移入100mL塑料容量瓶中，用水洗涤消解罐和盖子内壁（3~4）次，合并至塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

8.4.2 溶样方法 II—酸溶解法

8.4.2.1 此溶样方法适用于钛铁合金中硅、锰、磷、铬、铝、铜、钒、镍元素含量的测定。

8.4.2.2 将试样置于200 mL聚四氟乙烯烧杯，加入少量水冲洗烧杯内壁，加入6 mL硝酸（5.3），于冷水中缓慢滴加1.5 mL氢氟酸（5.5），驱尽氮氧化物，控制反应温度低于60℃，待反应完全后，加入2 mL盐酸（5.4），将溶液定量转移至100 mL容量瓶中，加水稀释至刻度摇匀。若存在析出物，干过滤后，取滤液待测。

8.5 校准曲线溶液的制备

8.5.1 基体溶液制备

按表2称取7组金属钛（5.1）和纯铁（5.2）分别置于6个200mL聚四氟乙烯烧杯中，以少量水冲洗瓶壁并润散，加入6mL盐酸（5.4），滴加1mL氢氟酸（5.5），加入6mL硝酸(5.3)，冷却至室温后，转移至100mL容量瓶内，作为校准溶液的基体溶液。

表2 基体物质的量

钛含量（质量分数）/%	金属钛/g	纯铁/g
≤40%	0.1200	0.1800
>40%	0.1800	0.1200

8.5.2 校准曲线溶液的制备

于7个盛有基体溶液（8.5.1）的容量瓶中，加入适量各元素标准溶液配制成系列校准溶液，定容。推荐的校准曲线各元素溶液浓度见表3。

表3 推荐校准曲线系列溶液

序号	元素/ $\mu\text{g/mL}$								
	Si	Mn	P	Cr	Al	Mg	Cu	V	Ni
1	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2	3	3	0.3	0.3	6	0.6	0.6	0.6	0.6
3	15	15	0.6	1.5	15	1.5	1.5	1.5	1.5
4	30	30	1.5	3	30	3	3	3	3
5	60	60	2.4	6	150	6	6	6	6
6	120	90	3	15	240	15	15	15	15
7	180	120			380		30	24	

8.6 测定

8.6.1 仪器的准备和确认

按照仪器操作规程开启等离子体光谱仪及其附属设备，点燃等离子体，直至仪器稳定运行，进行测量前至少运行1h。

测量浓度最高的校准溶液，根据仪器制造商所提供的操作程序和指南，为每个待测元素选择适宜分析谱线、背景校正位置，以及采集数据信号的积分位置、区域、时间等检测参数。然后调节设定等离子体原子发射光谱仪的功率、载气流速、雾化器压力、蠕动泵速度等仪器工作条件。检查6.2中要求的各项仪器性能指标。

8.6.2 校准曲线的绘制

仪器稳定后，在确定的仪器工作条件下，分别依次测量校准曲线系列溶液中各元素在分析线处的光谱强度，每次测量之间吸入水冲洗，试液至少应重复测量3次。以净强度或净强度比为横坐标、校准溶液的浓度（ $\mu\text{g/mL}$ 或质量分数）为纵坐标绘制校准曲线。计算相关系数，相关系数要求应符合6.2.5。最初校准曲线建立以后，可以使用最高浓度点和最低浓度点两个校准溶液进行两点再校正程序后立即进行试样的分析。

8.6.3 试液的测定

在与8.6.2相同条件下，将空白试液（8.3）和待测试液（8.4）依次引入ICP光谱仪进行测量，每次测量之间吸入水冲洗，试液至少应重复测量3次。计算机采集所测定的试样溶液中待测元素的净强度，然后通过所建立的工作曲线自动计算出元素在溶液中的含量。

9 分析结果

9.1 分析结果计算

根据试液的光谱强度值从校准曲线的回归方程中分别计算各元素的浓度值，按式（1）计算被测元素M的含量 ω_M ，以质量分数（%）表示：

$$\omega_M = \frac{V \times (c - c_0) \times 10^{-6}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中： ω_M ——待测元素含量，%；

V ——被测试液的体积，单位为毫升（mL）；

c ——试液中待测元素的浓度值，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

c_0 ——空白试液中待测元素的浓度值，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

m ——试样质量，单位为克（g）。

9.2 分析结果的确定和表示

同一试样两次独立分析结果差值的绝对值不大于重复性限 r ，则取算术平均值作为分析结果。如果两次独立分析结果差值的绝对值大于重复性限 r ，则按照附录C的规定追加测量次数并确定分析结果。

分析结果按GB/T8170修约，当含量低于1%时，修约至小数点后三位；当含量不小于1%时，修约至小数点后两位。

10 精密度

本文件的精密度试验是在2023年由9个实验室，对10个水平的9个元素进行测定；每个实验室对每个水平的待测元素含量在GB/T6379.1规定的重复性条件下独立测定2次。

共同试验数据按GB/T6379.2进行统计分析，统计结果表明，9个元素质量分数与其重复性限 r 和再现性限 R 间分别存在函数关系，函数关系式见表4。

表4 精密度函数关系式

元素	测定范围（质量分数）%	重复性限 r	再现性限 R
Si	0.10~6.0	$r = 0.0268m + 0.0082$	$R = 0.0716m + 0.0119$
Mn	0.05~3.0	$\lg r = 0.6964 \lg m - 1.5729$	$\lg R = 0.8579 \lg m - 1.1733$
P	0.005~0.10	$\lg r = 0.9237 \lg m - 1.2783$	$\lg R = 0.8293 \lg m - 0.9502$
Cr	0.02~0.40	$r = 0.0281m + 0.0014$	$R = 0.0850m + 0.0064$
Al	0.20~12.50	$\lg r = 0.7839 \lg m - 1.5625$	$\lg R = 0.7802 \lg m - 1.1904$

Mg	0.01~0.40	$r = 0.0264m + 0.0019$	$R = 0.1129m + 0.004$
Cu	0.01~0.60	$r = 0.0258m + 0.0012$	$R = 0.0318m + 0.0056$
V	0.01~0.80	$\lg r = 0.5942 \lg m - 1.751$	$R = 0.0660m + 0.0046$
Ni	0.01~0.30	$\lg r = 0.6753 \lg m - 1.6283$	$\lg R = 0.9226 \lg m - 0.9003$

在重复性条件下，获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于重复性限（ r ），大于重复性限（ r ）的情况以不超过5%；

在再现性条件下，获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限（ R ），大于再现性限（ R ）的情况以不超过5%。

11 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 实验室名称和地址；
- b) 实验报告的签发日期；
- c) 本部分的标准编号；
- d) 识别试样的细节；
- e) 分析结果；
- f) 结果的编号；

g) 在测定过程中注意到的任何特性和本标准中没有规定的可能对试样和认证标准物质的结果产生影响的任何操作

附录 A
(规范性)
电感耦合等离子体光谱仪性能试验

A.1 目的

本附录中给出的性能试验目的在于使用不同类型的仪器对等离子体光谱仪的性能进行适当的测定，允许不同的仪器使用不同的操作条件，但等离子体光谱仪最终能产生一致的结果。整个性能试验步骤用三个基本参数考核：检测限（DL）、背景等效浓度（BEC）和短期精密度（RSD）。

注：对于试样溶液中元素浓度高于 $5000 \times DL$ ，RSD是唯一需要评价的性能参数。需要试验的元素列入表A.1中。

A.1 推荐的背景等效浓度和检测限

元素	DL/ $\mu\text{g/mL}$	BEC/ $\mu\text{g/mL}$
硅	≤ 0.035	≤ 0.35
锰	≤ 0.005	≤ 0.05
磷	≤ 0.020	≤ 0.20
铬	≤ 0.005	≤ 0.05
铝	≤ 0.030	≤ 0.30
镁	≤ 0.010	≤ 0.10
铜	≤ 0.010	≤ 0.10
钒	≤ 0.005	≤ 0.05
镍	≤ 0.010	≤ 0.10

A.2 定义

A.2.1 检测限（DL）：当元素产生最小浓度信号时，可以认为超出了任何带有一定规定等级的伪背景信号；另一方面，元素浓度产生信号是背景水平值标准偏差的三倍。

A.2.2 背景等效浓度（BEC）：是产生与背景强度值相等的净强度相当于分析元素的浓度；是对给定波长灵敏度的度量。

A.3 背景等效浓度和检出限

制备3份溶液，含待测元素浓度分别为：0浓度水平，10倍检测限，1000倍检测限。这些溶液含有与待测样品相似浓度的酸、基体元素。

制备参比溶液的检测限可以是实验室值或是表A.1中给出的估计值。

该测试用于每一试验元素的操作。应按制造商的建议和实验室的定量分析的实践经验对等离子体光谱仪进行最初的调节。吸入空白液并取10次强度读数。对另外两种参比溶液重复此操作。

按式（A.1）计算分析曲线的斜率：

$$M = C_2 / (I_2 - I_b) \quad (\text{A.1})$$

式中：

M ——分析曲线的斜率；

C_2 ——10倍检测限溶液的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

I_2 ——10倍检测限溶液10次原始强度读数的平均值；

I_b ——空白溶液10次强度读数的平均值。

按式（A.2）计算检测限（DL），单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）：

$$DL = 3S_b M \quad (\text{A.2})$$

式中：

S_b ——10次空白强度读数的标准偏差。

按式（A.3）计算背景等效浓度（BEC），单位为微克每毫升（ $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）：

$$\text{BEC} = M \times I_b \quad (\text{A.3})$$

附录 B
(资料性)

电感耦合等离子体光谱仪、微波消解仪的工作条件参数

表B.1、表B.2、表B.3分别给出了推荐的分析谱线、电感耦合等离子体等原子发射光谱仪、微波消解仪的工作条件参数。

表B.1 推荐的分析谱线

元素	波长/nm	可能的干扰元素
硅	288.158	
	212.412	
	185.005	
	251.611	Cr、Mo、V、Fe
锰	257.610	
	294.921	Cr、V、Fe
	260.569	Co、Fe、Cr
磷	177.434	Ni、Cr
	213.618	
	178.287	Mo、Cr、Mn
	178.222	
铬	267.716	Mn
	206.158	
铝	396.153	
	309.271	V
	394.401	Ni、Cr
镁	279.077	
	280.270	
	279.533	
	285.213	Cr、Mn
铜	324.752	Mn、Mo
	327.395	
钒	309.310	
	292.464	
	311.837	
镍	221.648	
	231.604	Co
	216.555	Mn

表B.2 推荐的电感耦合等离子体等原子发射光谱仪工作参数

RF功率 W	观测高度 mm	等离子气流量 L/min	积分时间 s
1200	12	16.0	15

表B.3 推荐的微波消解仪工作参数

升温时间	目标温度	保温时间
30min	200℃	20min
