



中华人民共和国地质矿产行业标准

DZ/T 0452.3—2023

稀土矿石化学分析方法

第3部分：锂、铍、钪、锰、钴、镍、铜、 锌、镓、铷、铈、钼、铟、铯、钽、钨、 铊、铅、铋、钍、铀及15个稀土元素含量的 测定 混合酸分解-电感耦合等离子体质谱法

Methods for chemical analysis of rare earth ores—Part 3: Determination of lithium, beryllium, scandium, manganese, cobalt, nickel, copper, zinc, gallium, rubidium, niobium, molybdenum, indium, cesium, tantalum, tungsten, thallium, lead,

bismuth, thorium, uranium and 15 rare earth elements contents—Mixed acid digestion-inductively coupled plasma mass spectrometry

2023-10-31发布

2024-01-01实施

中华人民共和国自然资源部 发布

目 次

前言	III
引言	IV
1 范 围	1
2 规范性引用文件	2
3 术语和定义	3
4 原 理	3
5 试剂和材料	3
6 仪器设备	4
7 样 品	4
8 试验步骤	4
8.1 空白试验	4
8.2 验证试验	4
8.3 样品分解	4
8.4 校准溶液系列的配制	5
8.5 测 定	5
9 试验数据处理	6
9.1 结果计算方法	6
9.2 结果干扰校正	6
10 精密度	6
11 正确度	8
12 质量保证和控制	8
附录A (资料性) 仪器参考工作条件	9
附录B (资料性) 元素标准储备溶液的配制	11
附录C (资料性) 实验室间准确度协作试验统计结果	16

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》和GB/T 20001.4—2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的规定起草。

本文件是DZ/T 0452—2023《稀土矿石化学分析方法》的第3部分。DZ/T 0452 已经发布了以下部分:

- 第1部分：二氧化硅、三氧化二铝、三氧化二铁、氧化钙、氧化镁、氧化钾、氧化钠、二氧化钛、氧化锰、五氧化二磷、锶和钡含量的测定 偏硼酸锂熔融—电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第2部分：铝、铁、钙、镁、钾、钠、钛、锰、磷及15个稀土元素含量的测定 混合酸分解—电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第3部分：锂、铍、钪、锰、钴、镍、铜、锌、镓、铷、铯、钼、钨、铟、铪、钽、钨、铀及15个稀土元素含量的测定 混合酸分解—电感耦合等离子体质谱法。

本文件由中华人民共和国自然资源部提出。

本文件由全国自然资源与国土空间规划标准化技术委员会(SAC/TC 93)归口。

本文件起草单位：国家地质实验测试中心。

本文件主要起草人：刘贵磊、朱云、芦萼、王蕾、马生凤、张欣、许俊玉、温宏利、安子怡、屈文俊。

引 言

稀土是不可再生的重要战略资源，是改造传统产业、发展新兴产业及国防科技不可或缺的关键元素。在稀土探矿、开采、选矿、加工以及贸易过程中，各元素含量的测定贯穿其中。同时，简单快速的分析方法为稀土矿石类矿床综合评价以及稀土矿石的综合利用奠定了基础。本文件以现代分析仪器为依托，建立了能够实现多元素同时测定的DZ/T 0452—2023《稀土矿石化学分析方法》。

DZ/T 0452—2023由三个部分构成。

- 第1部分：二氧化硅、三氧化二铝、三氧化二铁、氧化钙、氧化镁、氧化钾、氧化钠、二氧化钛、氧化锰、五氧化二磷、铈和钡含量的测定偏硼酸锂熔融—电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的在于确立偏硼酸锂熔融—电感耦合等离子体原子发射光谱法测定稀土矿石中二氧化硅、三氧化二铝、三氧化二铁、氧化钙、氧化镁、氧化钾、氧化钠、二氧化钛、氧化锰、五氧化二磷、铈和钡含量的分析方法。
- 第2部分：铝、铁、钙、镁、钾、钠、钛、锰、磷及15个稀土元素含量的测定 混合酸分解—电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的在于确立混合酸分解—电感耦合等离子体原子发射光谱法测定稀土矿石中铝、铁、钙、镁、钾、钠、钛、锰、磷及15个稀土元素含量的分析方法。
- 第3部分：锂、铍、铋、镉、钴、镍、铜、锌、镓、铷、铌、钼、锆、铟、铯、钽、钨、铪、钽、铀及15个稀土元素含量的测定混合酸分解—电感耦合等离子体质谱法。目的在于确立混合酸分解—电感耦合等离子体质谱法测定锂、铍、铋、镉、钴、镍、铜、锌、镓、铷、铌、钼、锆、铟、铯、钽、钨、铪、钽、铀及15个稀土元素含量的分析方法。

目前, 稀土矿石的标准分析方法中, 主量元素以经典的化学分析方法为主体, 没有应用电感耦合等离子体发射光谱仪同时测定稀土矿石中多元素的国家标准方法或者行业标准方法, 没有体现出近年来分析技术的进步, 本文件的建立完善了稀土矿石的分析方法。本文件针对稀土矿石中的主量元素, 明确了样品分解和测定条件, 确定了分析方法的检出限、测定范围和精密度的, 和现有标准方法相比缩短了样品分解流程, 为提高分析效率、保证数据质量、促进稀土矿产资源勘查与开发利用提供技术支撑。

稀土矿石化学分析方法
第3部分: 锂、铍、钪、锰、钴、镍、铜、锌、镓、铷、铯、钼、
钨、铪、钽、钨、铈、钒、钇、铈及15个稀土元素含量的测定
混合酸分解—电感耦合等离子体质谱法

警示——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措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 範圍

本文件规定了混合酸分解—电感耦合等离子体质谱法测定稀土矿石中锂、铍、钪、锰、钴、镍、铜、锌、镓、铷、锶、钼、铟、铯、钽、钨、铊、铅、铋、钍、铀及15个稀土元素(钇、镧、铈、镨、钕、钐、铕、钆、铽、镱、铒、铥、镱、镱、镱)含量的方法。

本文件适用于稀土矿石中锂、铍、钪、锰、钴、镍、铜、锌、镓、铷、铯、钼、铟、铊、铋、钨、钽、铅、铀及15个稀土元素(钇、镧、铈、镨、钕、钐、铕、钆、铽、铈、铉、铊、铒、铥、镱)含量的混合酸分解—电感耦合等离子体质谱法测定。

本文件各元素方法检出限和测定范围见表1。

表 1 方法检出限和测定范围

单位为微克每克

元素	方法检出限	测定范围
Li	0.066	0.22~200
Be	0.061	0.20~200
Sc	0.037	0.12~400
Mn	0.033	0.11~1000
Co	0.006	0.020~200
Ni	0.26	0.87~200
Cu	0.15	0.50~200
Zn	1.4	4.7~200
Ga	0.014	0.047~200
Rb	0.014	0.047~1000
Y	0.006	0.020~20000
Nb	0.007	0.023~40
Mo	0.049	0.16~200
In	0.001	0.003~200

表 1 方法检出限和测定范围(续)

元素	方法检出限	测定范围
Cs	0.006	0.020~200
La	0.014	0.047~4000
Ce	0.015	0.050~2000
Pr	0.004	0.013~2000
Nd	0.017	0.057~4000
Sm	0.022	0.073~2000
Eu	0.002	0.007~400
Gd	0.003	0.010~2000
Tb	0.001	0.003~2000
Dy	0.004	0.013~4000
Ho	0.001	0.003~1000
Er	0.002	0.007~2000
Tm	0.001	0.003~400
Yb	0.002	0.007~2000
Lu	0.002	0.007~400
Ta	0.003	0.010~40
W	0.031	0.103~40
Tl	0.018	0.060~200
Pb	0.14	0.47~200
Bi	0.005	0.017~200
Th	0.013	0.043~200
U	0.001	0.003~200
注：方法检出限是用方法流程空白10次测定结果的3倍标准偏差在2000稀释倍数条件下计算求得，是在附录A所列仪器参考工作条件下测定。		

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 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 6379.4 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度)第4部分：确定标准测量方法正确度的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
 GB/T 14505 岩石和矿石化学分析方法 总则及一般规定
 DZ/T 0130(所有部分) 地质矿产实验室测试质量管理规范

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

稀土矿石样品经盐酸、硝酸、氢氟酸、高氯酸和硫酸加热分解，样品中的被测元素被溶解进入试液中，将样品溶液经雾化后由载气引入氩等离子体炬焰中，高温电离成离子，待测元素离子按质荷比进行分离，并被转换成电信号，在一定质量浓度范围内，被分离元素离子的数目即转换成电信号的强度与其质量浓度成正比，通过测量这些电信号的强度计算样品中待测成分的含量。

5 试剂和材料

警示——氢氟酸有毒，并有腐蚀性，操作时应戴乳胶手套，防止与皮肤接触；硫酸具有强烈的腐蚀性和氧化性，需谨慎使用；高氯酸为易爆品，使用时小心！

说明：除非另有说明，在分析中仅使用符合国家标准的BV-III 级化学试剂和符合GB/T 6682一级水的要求或与其纯度相当的水。

- 5.1 盐酸： $\rho=1.19$ g/mL。
- 5.2 硝酸： $\rho=1.42$ g/mL。
- 5.3 氢氟酸： $\rho=1.16$ g/mL。
- 5.4 高氯酸： $\rho=1.67$ g/mL。
- 5.5 硫酸： $\rho=1.84$ g/mL,优级纯。
- 5.6 硫酸溶液(1+1)：用1份硫酸(见5.5)与1份水混合。
- 5.7 盐酸溶液(1+1)：用1份盐酸(见5.1)与1份水混合。
- 5.8 单元素标准储备溶液：具体配制方法参见附录B；也可购买市售的单元素标准溶液。
- 5.9 多元素混合标准储备溶液：直接分取单元素标准储备溶液(见5.8)配制以下多元素混合标准储备溶液；也可用市售多元素混合标准溶液稀释得到。配制的多元素混合标准储备溶液的元素组合、质量浓度和溶液介质见表2。

表 2 多元素混合标准储备溶液

标准编号	元素组合	质量浓度 $\mu\text{g/L}$	溶液介质
混合标准储备溶液1	Sc、Y、La、Ce、Pr、Nd、Sm、Eu	10	2.4 mol/L盐酸
混合标准储备溶液2	Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Lu	10	2.4 mol/L盐酸
混合标准储备溶液3	Li、Be、Mn、Co、Ni、Cu、Zn、Ga、Rb、Mo、 In、Cs、Tl、Pb、Bi、Th、U	10	2.4 mol/L盐酸
混合标准储备溶液4	Nb、Ta、W	10	2.4 mol/L盐酸，50 g/L酒石酸，几滴HF

5.10 内标溶液：直接分取铈和镱单元素标准储备溶液(见5.8)配制内标溶液，铈和镱质量浓度均为10 ng/mL,溶液介质为0.6 mol/L 盐酸。

5.11 单元素标准溶液：直接分取单元素标准储备溶液(见5.8)配制钛(质量浓度为1 μg/mL)、钡(质量浓度为0.1 μg/mL)、铈(质量浓度为0.11 pg/mL)、镨(质量浓度为0.11 μg/mL)、钆(质量浓度为0.11 pg/mL)标准溶液，用以求干扰校正系数k。

5.12 仪器调试储备溶液：直接分取单元素标准储备溶液(见5.8)配制铍、钴、铜、铈、铀混合溶液(质量浓度为10 μg/mL)，溶液介质为0.8 mol/L 硝酸。

5.13 仪器调试溶液1：分取仪器调试储备溶液(见5.12)配制铍、钴、铜、铈、铀混合溶液(质量浓度为200 ng/mL)，溶液介质为0.8 mol/L 硝酸。

5.14 仪器调试溶液2：分取仪器调试储备溶液(见5.13)配制铍、钴、铜、铈、铀混合溶液(质量浓度为1 ng/mL),溶液介质为0.8 mol/L 硝酸。

5.15 空白溶液：盐酸溶液(5+95)。

5.16 清洗溶液：盐酸溶液(2+98)。

6 仪器设备

6.1 电感耦合等离子体质谱仪：仪器能对范围为5 u~250 u质量数进行扫描，最小分辨率在5%峰高处1 u峰宽。以某四极杆电感耦合等离子体质谱仪为例，仪器参考工作条件参见附录A 中表A.1。

6.2 多孔控温电热板：最高温度210℃,控温精度±10℃。

6.3 聚四氟乙烯坩埚：容积30 mL,带盖。

6.4 分析天平：感量0.1 mg。

6.5 控温鼓风干燥箱：常温至300℃,控温精度±2℃。

7 样品

7.1 按照GB/T 14505 的相关规定，加工样品的粒径应小于74 μm。

7.2 样品在105 ℃±2℃条件下预干燥2 h~4 h,然后置于干燥器中冷却至室温。

7.3 称取0.1 g 样品，精确至0.1 mg,此为试验用样品。

8 试验步骤

8.1 空白试验

随同样品进行双份空白试验，所有试剂取自同一试剂瓶，加入同等的量。

8.2 验证试验

随同样品分析基体相同、含量相近的标准物质，制备验证试验溶液。

8.3 样品分解

8.3.1 将样品(见7.3)置于聚四氟乙烯坩埚(见6.3)中。加入3 mL 盐酸(见5.1)、2 mL 硝酸(见5.2)、3 mL氢氟酸(见5.3)、1 mL 高氯酸(见5.4)、1 mL 硫酸(见5.6),盖上坩埚盖，将坩埚放在多孔控温电热板(见6.2)上，开启电热板，控制温度为130 ℃分解样品2 h。

8.3.2 洗净坩埚盖并取下，电热板控制温度为150℃继续分解样品2 h，然后将电热板温度升至180℃蒸至高氯酸浓烟冒尽。

8.3.3 取下坩埚，冷却至室温，用盐酸溶液(1+1)(见5.7)冲洗坩埚壁，再放在电热板上继续赶酸，直至溶液体积不再变化，重复操作此步骤两次。

8.3.4 取下坩埚，加入10 mL 盐酸溶液(1+1)(见5.7)，把坩埚放置在电热板上溶解盐类后15 min，取下坩埚冷却至室温后，转移至50 mL 容量瓶中，用水稀释定容，摇匀备用。分取制备的溶液2.50 mL，稀释至10.00 mL，摇匀，此为样品测定溶液。

8.4 校准溶液系列的配制

直接用单元素标准储备溶液(见5.8)或混合标准储备溶液1、2、3、4(见5.9)配制多元素混合校准溶液；也可使用市售有证多元素混合校准溶液进行稀释。配制的多元素混合校准溶液的元素组合和质量浓度见表3。

表 3 校准溶液的元素组合、质量浓度和介质

单位为纳克每毫升

校准溶液编号	元素及元素组合	系列0	系列1	系列2	系列3	系列4	系列5
校准溶液1	Li、Be、Co、Ni、Cu、Zn、Ga、Mo、 In、Cs、Tl、Pb、Bi、Th、U	0	0.50	2.00	10.0	50.0	100
	Mn、Rb	0	2.00	10.0	50.0	100	500
校准溶液2	Nb、Ta、W	0	0.50	2.50	5.00	10.0	20.0
校准溶液3	Sc、Eu	0	2.00	10.0	50.0	100	200
	La、Nd	0	10.0	50.0	200	1000	2000
	Ce、Pr、Sm	0	5.00	20.0	100	500	1000
	Y	0	10.0	100	500	2000	10000
校准溶液4	Gd、Tb、Er、Yb	0	5.00	50.0	100	200	500
	Tm、Lu	0	2.00	10.0	50.0	100	200
	Dy	0	10.0	50.0	200	1000	2000
	Ho	0	5.00	20.0	100	500	1000
注：校准溶液中元素质量浓度可根据测定溶液中的元素质量浓度在确定的检测范围内进行调整。							

8.5 测定

8.5.1 启动仪器并调节至最佳工作状态(参见附录A 中 表A.1)，仪器启动后至少稳定30 min。

8.5.2 建立分析方法，选择分析元素(参见附录A 中 表A.2)，编制样品分析表。

8.5.3 绘制校准曲线：以空白溶液(见5.15)为零点，以多个质量浓度水平的校准溶液(见8.4)建立校准曲线。校准曲线每点数据至少采集3次，取平均值。

8.5.4 测定每批样品时，同时测定空白溶液(见8.1)、验证试验溶液(见8.2)。

8.5.5 每次测定间隔用清洗溶液(见5.16)清洗系统。

9 试验数据处理

9.1 结果计算方法

样品中待测元素B 含量以质量分数 $w(B)$ 计, 数值以“ $\mu\text{g/g}$ ”表示时, 按式(1)计算:

$$w(B) = \frac{(p - p_0) \times V \times V_0}{V_1 \times m \times 1\,000} \quad \dots\dots\dots (1)$$

数值以“%”表示时, 按式(2)计算:

$$w(B) = \frac{(p - p_0) \times V \times V_0}{V_1 \times m \times 10\,000 \times 1\,000} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$w(B)$ ——样品中待测元素B 的质量分数, 单位为微克每克($\mu\text{g/g}$);

p ——被分析溶液中待测元素的质量浓度, 单位为纳克每毫升(ng/mL);

p_0 ——空白溶液(见8.1)中待测元素的质量浓度, 单位为纳克每毫升(ng/mL);

V_0 ——制备溶液的总体积, 单位为毫升(mL);

V_1 ——分取制备溶液的体积, 单位为毫升(mL);

V ——测定溶液的体积, 单位为毫升(mL);

m ——称取样品的质量, 单位为克(g).

所得结果按GB/T 14505 表示为: $\times.\times\times\%$ 、 $0.\times\times\times\%$ 、 $\times\times\times\mu\text{g/g}$ 、 $\times\times.\times\mu\text{g/g}$ 、 $\times.\times\times\text{pg/g}$ 、 $0.\times\times\mu\text{g/g}$ 、 $0.0\times\times\mu\text{g/g}$ 。

9.2 结果干扰校正

干扰校正系数 k 按式(3)计算:

$$k = \frac{P_4}{P_{im}} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

P_4 ——干扰元素标准溶液测得的相当待测元素的等效质量浓度, 单位为纳克每毫升(ng/mL);

P_{im} ——干扰元素标准溶液的已知质量浓度, 单位为纳克每毫升(ng/mL)。

待测元素的质量浓度 p 按式(4)计算:

$$p = \frac{P_{gr} - P_{sin}}{k_j} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

P_u ——扣除干扰后的样品溶液中待测元素的质量浓度, 单位为纳克每毫升(ng/mL);

P_{gr} ——样品溶液中待测元素存在被干扰时测得的总质量浓度, 单位为纳克每毫升(ng/mL);

k_j ——干扰元素 j 对待测元素 i 的干扰校正系数;

P_{sin} ——样品溶液中干扰元素的实测质量浓度, 单位为纳克每毫升(ng/mL)。

10 精密度

10.1 按 GB/T 6379.2规定的方法, 得到的混合酸分解—电感耦合等离子体质谱法测定稀土矿石中锂、铍、铈、镨、钆、铈、铜、锌、镓、铷、铈、钼、铟、铯、钽、钨、铊、铅、铋、钍、铀及15个稀土元素含量的重复性和再现性(即方法精密度), 统计结果见表4。

10.2 在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表4给出的水平范围内，其绝对差值不超过重复性限(r)（置信概率95%）。重复性限(r) 按表4所列方程式计算。

10.3 在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表4给出的水平范围内，其绝对差值不超过再现性限(R)（置信概率95%）。再现性限(R) 按表4所列方程式计算。

表 4 方法精密度

单位为微克每克

序号	元素	水平范围(m) “	重复性限(r)	再现性限(R)
1	Li	18.5~184	$r=0.55+0.043m$	$R=2.06+0.12m$
2	Be	2.36~15.3	$r=0.013+0.08m$	$R=0.17+0.39m$
3	Se	4.7~6.6	$r=0.043m1.2$	$R=0.38+0.42m$
4	Mn	124~774	$r=0.076m0.96$	$R=8.22m0.36$
5	Co	0.71~13.6	$r=0.02+0.074m$	$R=0.01+0.21m$
6	Ni	0.62~52.2	$r=0.15+0.075m$	$R=1.24+0.22m$
7	Cu	0.70~21.1	$r=0.16+0.097m$	$R=1.37m0.5$
8	Zn	51.1~68.0	$r=3.59+0.13m$	$R=28.2\pm0.162m$
9	Ga	28.8~47.5	$r=0.89+0.034m$	$R=4.34+0.5m$
10	Rb	101~1100	$r=0.14m0.85$	$R=0.51m0.$
11	Y	449~17000	$r=6.19+0.047m$	$R=77.4+0.083m$
12	Nb	23.2~60.7	$r=0.055m1.08$	$R=0.2m1.0$
13	Mo	0.32~1.04	$r=0.12m0.5$	$R=0.39\pm0.111m$
14	In	0.044~0.24	$r=0.043m0.46$	$R=0.01+0.46m$
15	Cs	5.2~140	$r=0.037+0.062m$	$R=0.007+0.12m$
16	La	17.1~2360	$r=0.077m0.94$	$R=0.17m0.97$
17	Ce	17.7~430	$r=0.17m0.79$	$R=0.48m0.69$
18	Pr	5.2~730	$r=0.084m0.92$	$R=0.26m0.88$
19	Nd	23.7~3400	$r=0.2m0.79$	$R=0.33m0.9$
20	Sm	13.5~1700	$r=0.17m0.79$	$R=0.2m0.9$
21	Eu	0.31~64.8	$r=0.031+0.054m$	$R=0.005+0.19m$
22	Gd	28.1~2200	$r=0.18+0.057m$	$R=0.39m0.9$
23	Tb	7.0~470	$r=-0.059+0.057m$	$R=-0.066+0.12m$
24	Dy	49.1~3200	$r=0.009+0.055m$	$R=4.94+0.085m$
25	Ho	10.5~560	$r=0.5+0.044m$	$R=0.84+0.13m$
26	Er	31.8~1700	$r=0.29+0.053m$	$R=0.21m$
27	Tm	5.0~270	$r=0.07m$	$R=0.37m0.81$

表 4 方法精密度(续)

序号	元素	水平范围(m)	重复性限(r)	再现性限(R)
28	Yb	32.1~1800	$r=0.30+0.063m$	$R=0.433+0.16m$
29	Lu	4.8~260	$r=0.088m0-$	$R=0.22m$
30	Ta	3.15~15.1	$r=0.33+0.098m$	$R=1.29+0.61m$
31	W	2.05~16.9	$r=0.076+0.064m$	$R=0.14+0.26m$
32	Tl	0.62~4.96	$r=0.11m0.7$	$R=0.36m0.6$
33	Pb	30.8~214	$r=0.098m0.92$	$R=0.28m0.83$
34	Bi	0.53~16	$r=0.042+0.052m$	$R=0.27+0.2m$
35	Th	21~67	$r=0.25m0.6$	$R=3.09+0.16m$
36	U	5.65~10.2	$r=0.084m0.85$	$R=0.5+0.11m$
注：精密度数据是依据GB/T 6379.2,由12家实验室对5个含量水平的样品，分别在重复性条件下测定4次，对数据剔除离群值后计算得到。				
测定结果的平均值。				

11 正确度

按GB/T 6379.4规定的方法，选择5个不同含量范围的稀土矿石国家有证标准物质，在12家实验室间进行方法正确度试验，得到的方法正确度相关数据参见附录C。

12 质量保证和控制

- 12.1 分析每批样品时，应同时进行空白试验、重复试样、标准物质分析，且符合DZ/T 0130的要求。
- 12.2 制备多元素混合校准溶液时注意元素间的相容性和稳定性，并对单元素标准储备溶液进行核查，以避免杂质影响标准的准确度。新配制好的校准溶液转移至经过酸洗、干净的聚丙烯瓶中保存，并定期核查其稳定性。
- 12.3 分析者应能熟练操作电感耦合等离子体质谱仪，了解基体和背景干扰，并能进行正确校正。
- 12.4 校准曲线一次拟合的相关系数大于或等于0.999。

附 录 A
(资料性)
仪器参考工作条件

以某四极杆电感耦合等离子体质谱仪为例，仪器参考工作条件见表 A.1；各测定元素选用的分析同位素、内标同位素及使用的干扰校正公式见表 A.2。

表 A.1 电感耦合等离子体质谱仪参考工作条件

仪器参数	设定值	仪器参数	设定值
ICP功率 W	1400	跳峰 点/质量	1
冷却气流量 L/min	18.0	停留时间 ms/点	10
辅助气流量 L/min	1.2	扫描次数 次	40
雾化气流量 L/min	1.0	测量时间 s	31
取样锥孔径 mm	1.0	截取锥孔径 mm	0.9
超锥孔径 mm	1.1		

表A.2 测定元素的分析同位素、内标同位素及干扰扣除

分析同位素	内标同位素	观测到的干扰	校正公式	干扰系数
Li	103Rh			
⁹ Be	103Rh			
⁴⁵ Sc	103 Rh			
⁴⁷ Ti	103 Rh			
⁵⁵ Mn	103 Rh			
⁵⁹ Co	103Rh			
⁶⁰ Ni	103 Rh			
⁶³ Cu	103 Rh	⁷ TiO	$-0.00058 \times I(^{47}\text{Ti})$	0.00058
⁶⁶ Zn	103 Rh	⁵⁰ TiO	$-0.00235 \times I(^{50}\text{Ti})$	0.00235
⁷¹ Ga	102 Rh	¹⁴² Ce ²⁺ ¹⁴² Nd ²⁺	$-0.00255 \times I(^{142}\text{Ce})$ $-0.00010 \times I(^{142}\text{Nd})$	0.00255 0.00010
⁸⁵ Rb	103 Rh			

表A.2测定元素的分析同位素、内标同位素及干扰扣除(续)

分析同位素	内标同位素	观测到的干扰	校正公式	干扰系数
89Y	103 Rh	Er ²⁺	$-0.00026 \times I(^{166}\text{Er})$	0.00026
93Nb	102Rh			
98Mo	102 Rh			
15In	103Rh			
133Cs	103 Rh			
139La	183Re			
140Ce	185Re			
141Pr	185 Re			
142 Nd	185Re			
152 Sn	185 Re			
153Eu	185Re	137BaO	$-0.00052 \times I(^{137}\text{Ba})$	0.00052
158Gd	185Re	140Ce ^{170H}	$-0.0153 \times I(^{140}\text{Ce})$	0.0153
		141Pr ¹⁴⁰	$-0.00150 \times I(^{141}\text{Pr})$	0.00150
159Tb	185Re	143NdO	$-0.00351 \times I(^{143}\text{Nd})$	0.00351
164Dy	185Re	146NdOH	$-0.00565 \times I(^{146}\text{Nd})$	0.00565
		147SmO	$-0.00396 \times I(^{147}\text{Sm})$	0.00396
165Ho	185Re	146NdO	$-0.00003 \times I(^{146}\text{Nd})$	0.00003
		149SmO	$-0.00042 \times I(^{149}\text{Sm})$	0.00042
166Er	185Re	150 NdO	$-0.00517 \times I(^{150}\text{Nd})$	0.00517
		150SmO	$-0.00342 \times I(^{150}\text{Sm})$	0.00342
169Tm	185Re	153EuO	$-0.00052 \times I(^{153}\text{Eu})$	0.00052
		50 SmO	$-0.00342 \times I(^{150}\text{Sm})$	0.00046
1 Yb	185Re	156GdO	$-0.00893 \times I(^{156}\text{Gd})$	0.00893
17 Lu	185Re	158GdO	$-0.00203 \times I(^{158}\text{Gd})$	0.00203
		159TbO	$-0.01012 \times I(^{159}\text{Tb})$	0.01012
181 Ta	185Re			
184w	185Re			
205Tl	185Re			
208Pb	185Re			
209Bi	185Re			
232Tl	185 Re			
238U	185Re			

注1:I表示元素的强度,单位为计数值每秒(cps)。

注2:由于仪器结构、工作条件、样品基体对氧化物的产率有较大的影响,因此本表中氧化物和二次离子的干扰系数仅供参考,用户可参照求得实际干扰系数。

附录 B

(资料性)

元素标准储备溶液的配制

警示——本文件中所用高纯八氧化三铈试剂具有放射性。每个实验室都有责任维护有关法则中关于本文件所提及的化学物质安全处理规定。参与化学分析的所有人员都应有化学实验室安全常识。

B.1 锂标准溶液[p(Li)=1.000 mg/mL]

准确称取2.6620 g 经105℃干燥的光谱纯碳酸锂(Li_2CO_3), 置于烧杯中, 加入25 mL 水湿润, 盖上表面皿, 缓慢滴加100 mL 硝酸溶液(1+1), 低温加热至全部溶解, 煮沸赶 CO_2 。冷却后移入500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

B.2 铍标准溶液[p(Be)=0.500 mg/mL]

准确称取0.6940g 经1000℃灼烧的光谱纯氧化铍(BeO), 置于烧杯中, 加入50 mL 氢氟酸、25 mL 硫酸, 加热至冒尽白烟, 残渣用200 mL 盐酸溶液(1+1)溶解。冷却后移入200 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

B.3 钪标准溶液[p(Sc)=1.000 mg/mL]

准确称取0.7670g 经850℃灼烧1h 的光谱纯三氧化二钪(Sc_2O_3), 置于烧杯中, 加入100 mL 盐酸溶液(1+1), 低温加热至溶解。冷却后移入500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

B.4 钴标准溶液[p(Co)=1.000 mg/mL]

准确称取0.7035 g 高纯三氧化二钴(Co_2O_3), 置于烧杯中, 加入2000 mL 盐酸溶液(1+1), 低温加热至溶解。冷却后移入500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

B.5 铜标准溶液[p(Cu)=1.000 mg/mL]

准确称取0.5000g 电解铜(Cu), 置于烧杯中, 加入50 mL 硝酸溶液(1+1), 微加热使 Cu 完全溶解后, 加入适量水及50 mL 硝酸溶液(1+1)。冷却后移入500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

电解铜处理: 浸泡在盐酸溶液(5+95)中, 煮沸5 min, 取出并用蒸馏水冲洗干净。干燥后称样。

B.6 镍标准溶液[p(Ni)=1.000 mg/mL]

准确称取0.7045g 光谱纯三氧化二镍(Ni_2O_3), 置于烧杯中, 加入100 mL 盐酸溶液(1+1), 加热至溶解。冷却后移入500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

B.7 镓标准溶液[p(Ga)=1.000 mg/mL]

准确称取0.6720 g 高纯三氧化二镓(Ga_2O_3), 置于烧杯中, 加入100 mL 盐酸溶液(1+1), 在水浴中加热至溶解。冷却后移入500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

B.8 铷标准溶液[p(Rb)=1.000 mg/mL]

准确称取0.7075 g 高纯氯化铷(RbCl), 置于烧杯中, 加水溶解。溶解完全后移入500 mL 容量瓶

中。用水稀释至刻度，摇匀。

B.9 钼标准溶液[p(Mo)=1.000 mg/mL]

准确称取0.7500g 经500℃灼烧1 h 的高纯三氧化钼(MoO_3)，置于烧杯中，用水润湿，加入浓氨水 50 mL，低温加热至溶解后，继续加热至体积约10 mL，加入100 mL 硝酸溶液(1+1)。冷却后移入500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

B.10 铟标准溶液[p(In)=1.000 mg/mL]

准确称取0.5000g 高纯金属铟(In)，置于烧杯中，加入50 mL 浓盐酸溶解。将溶液移入500 mL 容量瓶，用水稀释至刻度，摇匀。

B.11 铯标准溶液[p(Cs)=1.000 mg/mL]

准确称取0.6335 g 经105℃烘干2 h 的高纯氯化铯(CsCl)于烧杯中，加水溶解。溶解后移入500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

B.12 钨标准溶液[p(W)=1.000 mg/mL]

准确称取0.6305 g 经500℃灼烧过的氧化钨(WO_3)，置于烧杯中，加入10 g 固体碳酸钠及少量水，低温加热至溶解。溶解完全后移入500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。摇匀后立即转移至塑料瓶中保存。

B.13 铊标准溶液[p(Tl)=1.000 mg/mL]

准确称取0.5585g 经105℃烘2 h 的光谱纯三氧化二铊(Tl_2O_3)，置于烧杯中，加入50 mL 硝酸溶液(1+1)，低温加热至溶解。冷却后移入500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

B.14 铅标准溶液[p(Pb)=1.000 mg/mL]

准确称取0.5385 g 高纯氧化铅(PbO)，置于烧杯中，加入100 mL 硝酸，低温加热至溶解。冷却后移入500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

B.15 铋标准溶液[p(Bi)=1.000 mg/mL]

准确称取0.5575 g 高纯三氧化二铋(Bi_2O_3)，置于烧杯中，加入100 mL 硝酸溶液(1+1)，低温加热至完全溶解。冷却后移入500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

B.16 钍标准溶液[p(Th)=1.000 mg/mL]

准确称取0.5690 g 二氧化钍(ThO_2)，置于烧杯中，加入50 mL 盐酸和少量氟化钠，加热溶解后，加入10 mL 高氯酸，蒸发至干。加入10 mL 盐酸，在水浴上蒸干。加入100 mL 盐酸溶液(2+98)，微热，冷却后用盐酸溶液(2+98)转入500 mL 容量瓶中，并稀释至刻度，摇匀。

B.17 铀标准溶液[p(U)=0.500 mg/mL]

准确称取0.2950 g 高纯八氧化三铀(U_3O_8)，置于烧杯中，加入100 mL 硝酸溶液(1+1)，低温加热至溶解。冷却后移入500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

B.18 铑标准溶液 [$\rho(\text{Rh})=0.100 \text{ mg/mL}$]

准确称取0.1930g 光谱纯氯铑酸铵 $[(\text{NH}_4)_3\text{RhCl}_6 \cdot 1.5\text{H}_2\text{O}]$, 置于烧杯中, 加入50 mL 盐酸和少

量氯化钠溶解。移入500 mL 容量瓶中, 用盐酸溶液(1+9)稀释至刻度, 摇匀。

B.19 铼标准溶液 [$\rho(\text{Re})=1.000 \text{ mg/mL}$]

准确称取1.4406g 高纯铼酸铵 $(\text{NH}_4\text{ReO}_4)$, 置于烧杯中, 用水溶解。移入1000 mL 容量瓶中, 用

水稀释至刻度, 摇匀。

B.20 锑标准溶液 [$\rho(\text{Sb})=1.000 \text{ mg/mL}$]

准确称取0.5985 g 三氧化二锑 (Sb_2O_3) , 纯度99.95%, 置于烧杯中, 盖上表面皿, 沿杯壁加入100 mL 硝酸溶液(1+1), 于低温控温电热板上加热至溶解。将溶液移入500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

B.21 钇标准溶液 [$\rho(\text{Y})=1.000 \text{ mg/mL}$]

准确称取0.6350 g 经850℃灼烧过的高纯三氧化二钇 (Y_2O_3) , 置于烧杯中, 加入100 mL 硝酸溶液(1+1), 低温加热至溶解。冷却后移入500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

B.22 钡标准溶液 [$\rho(\text{Ba})=1.000 \text{ mg/mL}$]

准确称取0.7185g 经105℃干燥2 h 的高纯碳酸钡 (BaCO_3) , 置于烧杯中, 加入水及100 mL 硝酸溶液(1+1), 加热至溶解。冷却后移入500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

B.23 镧标准溶液 [$\rho(\text{La})=1.000 \text{ mg/mL}$]

准确称取0.5865g 经850℃灼烧过的高纯三氧化二镧 (La_2O_3) , 置于烧杯中, 用水润湿, 加入100 mL 盐酸溶液(1+1), 低温加热至溶解。冷却后移入500 mL 容量瓶中, 用水稀至刻度, 摇匀。

B.24 铈标准溶液 [$\rho(\text{Ce})=1.000 \text{ mg/mL}$]

准确称取0.6140g 经850℃灼烧过的高纯二氧化铈 (CeO_2) , 置于烧杯中, 加入100 mL 硝酸溶液(1+1), 并加入10 mL 过氧化氢, 低温加热至溶解。冷却后移入500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

B.25 镨标准溶液 [$\rho(\text{Pr})=1.000 \text{ mg/mL}$]

准确称取0.6040 g 高纯氧化镨 $(\text{Pr}_6\text{O}_{11})$ 于烧杯中, 加入150 mL 王水溶液(1+1), 低温加热至溶解。冷却后移入500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

B.26 钕标准溶液 [$\rho(\text{Nd})=1.000 \text{ mg/mL}$]

准确称取0.5830g 高纯三氧化二钕 (Nd_2O_3) , 置于烧杯中, 加入200 mL 盐酸溶液(1+1), 低温加热至溶解。冷却后移入500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

B.27 钐标准溶液 [$\rho(\text{Sm})=1.000 \text{ mg/mL}$]

准确称取0.5800g 高纯三氧化二钐(Sm_2O_3), 置于烧杯中, 加入150 mL 王水溶液(1+1), 低温加热至溶解。冷却后移入500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

B.28 铈标准溶液[p(Eu)=1.000 mg/mL]

准确称取0.579 0g 经850℃灼烧过的光谱纯三氧化二铈(Eu_2O_3),置于烧杯中,加入150 mL 王水溶液(1+1),低温加热至溶解。冷却后移入500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

B.29 钪标准溶液[p(Gd)=1.000 mg/mL]

准确称取0.576 5g 经850℃灼烧过的光谱纯三氧化二钪(Gd_2O_3),置于烧杯中,加入150 mL 王水溶液(1+1),低温加热至溶解。冷却后移入 500 mL 容量瓶中,用水稀至刻度,摇匀。

B.30 铽标准溶液[p(Tb)=1.000 mg/mL]

准确称取0.588 0g 经850℃灼烧过的高纯氧化铽(Tb_4O_7),置于烧杯中,加入150 mL 王水溶液(1+ 1),低温加热至溶解。冷却后移入500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

B.31 镝标准溶液[p(Dy)=1.000 mg/mL]

准确称取0.5740g 经850℃灼烧过的光谱纯三氧化二镝(Dy_2O_3),置于烧杯中,加入150 mL 王水溶液(1+1),低温加热至溶解。冷却后移入 500 mL 容量瓶中,用水稀至刻度,摇匀。

B.32 铥标准溶液[p(Ho)=1.000 mg/mL]

准确称取0.5730g 经850℃灼烧过的高纯三氧化二铥(Ho_2O_3),置于烧杯中,加入150 mL 王水溶液(1+1),低温加热至溶解。冷却后移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

B.33 铒标准溶液[p(Er)=1.000 mg/mL]

准确称取0.5720g 经850℃灼烧过的高纯三氧化二铒(Er_2O_3),置于烧杯中,加入 200 mL 盐酸溶液(1+1),低温加热至溶解。冷却后移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

B.34 铥标准溶液[p(Tm)=1.000 mg/mL]

准确称取0.5710g 经850℃灼烧过的光谱纯三氧化二铥(Tm_2O_3),置于烧杯中,加入150 mL 王水溶液(1+1),低温加热至溶解。冷却后移入500 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

B.35 镱标准溶液[p(Yb)=1.000 mg/mL]

准确称取0.569 5g 经850℃灼烧过的高纯三氧化二镱(Yb_2O_3),置于烧杯中,加入100 mL 盐酸溶液(1+1),低温加热至溶解。冷却后移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

B.36 镱标准溶液[p(Lu)=1.000 mg/mL]

准确称取0.568 5 g 经850℃灼烧过的高纯三氧化二镱(Lu_2O_3),置于烧杯中,加入150 mL 王水溶液(1+1),低温加热至溶解。冷却后移入500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

B.37 锰标准溶液[p(Mn)=1.000 mg/mL]

准确称取0.6910g 光谱纯四氧化三锰(Mn_3O_4),置于烧杯中,加入 50 mL 浓盐酸,加热至溶解。冷却后移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

B.38 铌标准溶液[p(Nb)=1.000 mg/mL]

准确称取0.7150g 光谱纯五氧化二铌(Nb_2O_5), 置于聚四氟乙烯坩埚中, 用水润湿。加入25 mL 氢氟酸, 盖上坩埚盖, 在低温电热板上加热至溶解。移去坩埚盖冒烟至约2.5 mL, 加50 mL 浓盐酸及少量水。冷却后移入500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。摇匀后立即移入500 mL 塑料瓶中保存。

B.39 钽标准溶液[p(Ta)=1.000 mg/mL]

准确称取0.5000 g 高纯金属钽(Ta), 置于塑料坩埚中, 加入10 mL~15 mL氢氟酸, 盖上坩埚盖在电热板上低温加热至完全溶解。打开坩埚盖蒸发至约2.5 mL, 加50 mL 盐酸。冷却后移入500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀后立即移入塑料瓶中保存。

B.40 锌标准溶液[p(Zn)=1.000 mg/mL]

准确称取0.6225 g 经800℃灼烧1h 的高纯氧化锌(ZnO), 置于烧杯中, 用水润湿。加入200 mL 硝酸溶液(1+1), 低温加热至溶解。冷却后移入500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

B.41 钛标准溶液[p(Ti)=1.000 mg/mL]

准确称取0.5000g 海绵钛(Ti, 纯度99.95%), 置于烧杯中, 加入200 mL 盐酸溶液(1+1), 加热至溶解。冷却后移入500 mL 容量瓶中, 用盐酸溶液(1+1)稀释至刻度, 摇匀。

附 录 C

(资料性)

实验室间准确度协作试验统计结果

通过准确度协作试验得到的方法与结果的准确度(正确度和精密度)统计结果见表C.1 至 表C.36。

表 C.1 稀土矿石样品中锂含量的协作试验统计结果

统计参数	水平				
	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
参加实验室数(p)	12	12	12	12	12
可接受结果的实验室数(p)	11	12	12	11	12
总平均值(y) μg/g	69.4	69.3	22.1	183	56.6
标准值(μ) μg/g	69.7	69.0	18.5	184	56.2
相对误差(RE) %	—0.49	0.42	19.3	—0.37	0.63
重复性标准差(s _r) pg/g	1.16	1.22	0.54	3.13	1.22
再现性标准差(s _g) pg/g	3.54	4.15	1.74	8.81	2.84
重复性限(r) μg/g	3.26	3.41	1.51	8.76	3.42
再现性限(R) pg/g	9.90	11.6	4.86	24.7	7.95
测量方法偏倚的估计值(δ) %	—0.34	0.29	3.56	—0.68	0.35
δ—A·sR “ %	—2.34	—1.98	2.62	—5.64	—1.14
o+A·sR %	1.66	2.56	4.51	4.27	1.84
A·sk为测量方法偏倚的95%置信区间,A为计算估计值的不确定系数。下同。					

表 C.2 稀土矿石样品中铍含量的协作试验统计结果

统计参数	水平				
	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
参加实验室数(p)	12	12	12	12	12
可接受结果的实验室数(p)	11	11	11	11	11
总平均值(y) μg/g	3.05	3.11	2.36	15.3	4.54
标准值(μ) μg/g	—	—	—	—	—
相对误差(RE) %			—	—	—
重复性标准差(s _r) μg/g	0.090	0.094	0.067	0.40	0.16
再现性标准差(s _R) μg/g	0.45	0.37	0.26	2.30	0.41
重复性限(r) μg/g	0.25	0.26	0.19	1.11	0.45
再现性限(R) μg/g	1.26	1.05	0.72	6.45	1.15
测量方法偏倚的估计值(δ) %	—	—	—	—	—
-A • s _g %		—	—	—	—
+A • s _p %	—	—	—	—	—

表C.3 稀土矿石样品中钪含量的协作试验统计结果

统计参数	水平				
	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
参加实验室数(p)	12	12	12	12	12
可接受结果的实验室数(p)	12	12	12	12	12
总平均值(y) μg/g	6.09	6.16	7.89	6.71	5.09
标准值(μ) μg/g	6.2	5.8	7.7	6.6	4.7

表C.3 稀土矿石样品中钪含量的协作试验统计结果(续)

统计参数	水平				
	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
相对误差(RE) %	—1.76	6.14	2.41	1.59	8.37
重复性标准差(s _r) μg/g	0.14	0.14	0.22	0.24	0.14
再现性标准差(s _g) μg/g	0.92	0.72	1.08	0.78	0.62
重复性限(r) pg/g	0.40	0.40	0.61	0.66	0.39
再现性限(R) μg/g	2.58	2.03	3.03	2.18	1.73
测量方法偏倚的估计值(δ) %	—0.11	0.36	0.19	0.11	0.39
$\delta - A \cdot sk''$ %	—0.63	—0.05	—0.42	—0.32	0.05
$\delta + A \cdot sR$ %	0.41	0.76	0.79	0.53	0.74

表C.4 稀土矿石样品中锰含量的协作试验统计结果

统计参数	水平				
	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
参加实验室数(p)	12	12	12	12	12
可接受结果的实验室数(p)	12	11	11	11	11
总平均值(y) μg/g	125	123	551	816	421
标准值(μ) μg/g	132	124	534	774	402
相对误差(RE) %	—5.09	—0.78	3.23	5.41	4.78
重复性标准差(s _r) pg/g	3.44	2.12	13.5	14.0	10.4
再现性标准差(s _p) μg/g	15.9	16.4	26.8	29.8	32.3

表 C.4 稀土矿石样品中锰含量的协作试验统计结果(续)

统计参数	水平				
	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
重复性限(r) $\mu\text{g/g}$	9.64	5.94	37.8	39.1	29.2
再现性限(R) $\mu\text{g/g}$	44.6	46.0	75.1	83.5	90.5
测量方法偏倚的估计值(δ) %	—6.72	—0.97	17.2	41.9	19.2
$-A \cdot s_g$ %	—15.6	—10.6	2.96	25.8	0.86
$\delta + A \cdot s_R$ %	2.13	8.67	31.5	58.0	37.6

表 C.5 稀土矿石样品中钴含量的协作试验统计结果

统计参数	水平				
	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
参加实验室数(p)	12	12	12	12	12
可接受结果的实验室数(p)	12	12	12	11	12
总平均值(y) $\mu\text{g/g}$	1.02	1.04	13.6	0.71	1.52
标准值(μ) $\mu\text{g/g}$	—	—			
相对误差(RE) %	—		—	—	—
重复性标准差(s_r) $\mu\text{g/g}$	0.034	0.046	0.331	0.020	0.051
再现性标准差(s_g) $\mu\text{g/g}$	0.074	0.078	0.92	0.056	0.16
重复性限(r) $\mu\text{g/g}$	0.096	0.13	0.93	0.056	0.14
再现性限(R) $\mu\text{g/g}$	0.21	0.22	2.57	0.16	0.44
测量方法偏倚的估计值(δ) %					

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/886204143142010155>