

中华人民共和国地质矿产行业标准

DZ/T XXXXX. 1—202X

锶矿石化学分析方法
第1部分：锶、钡、钙、镁、铁、铝含量的
测定 混合熔剂半熔-电感耦合等离子体原
子发射光谱法

Methods for chemical analysis of strontium ores—Part 1: Determination of strontium,
barium, calcium, magnesium, iron, aluminum —Mixed semi-melting flux-
inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

(报批稿)

(本稿完成日期：2021年1月)

××××-××-××发布

××××-××-××实施

目 次

前言	III
引言	IV
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 原理	2
5 试验条件	2
6 试剂或材料	2
7 仪器设备	3
8 样品	3
9 试验步骤	3
9.1 空白试验	3
9.2 验证试验	3
9.3 样品分解	3
9.4 测定	4
10 试验数据处理	4
11 精密度	4
12 正确度	5
13 质量保证和控制	5
附录 A （资料性） 单元素标准储备溶液的配制	6
附录 B （资料性） 仪器参考工作条件	7
附录 C （资料性） 实验室间准确度协作试验数据统计结果	8
参考文献	12

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。

本文件为DZ/T XXXXX《锶矿石化学分析方法》的第1部分，DZ/T XXXXX已经发布了以下部分：

——第1部分：锶、钡、钙、镁、铁、铝含量的测定 混合熔剂半熔-电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第2部分：硫含量的测定 混合熔剂半熔-硫酸钡重量法；

——第3部分：铝、钙、铁、钾、镁、钠、磷、钛含量的测定 混合酸分解-电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第4部分：铬、铜、锰、钼、镍、铅、钛、锌含量的测定 封闭酸溶-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/TC93）归口。

本文件起草单位：国家地质实验测试中心、中国地质大学（北京）。

本文件主要起草人：孙德忠、陈宗定、谢冰晶、许春雪、安子怡、王亚平、王苏明。

引 言

矿产资源是国民经济社会发展的重要物质基础，随着高新技术的发展，高新技术材料的需求也在增加，发现和寻找稀有稀散元素矿产品将会成为今后地质找矿的重点。

锶是稀有金属之一，由于其很强的吸收X射线辐射功能和独特的物理化学性能，被广泛应用于电子、化工、冶金、军工、轻工、医药和光学等各个领域。而我国有丰富的锶矿资源，根据世界对锶需求的稳步增长及和良好的锶矿找矿前景，我国的锶矿资源除满足国民经济发展过程中自身需求外，还可发展锶矿资源及其多种制品外向型矿业经济，参与国际竞争。因此，锶矿资源不但是世界上重要的战略性矿产资源，而且在我国国民经济中的地位与作用也将日益上升、日趋重要。

而现行的锶矿石化学分析标准方法都是容量法、比色法、重量法和原子吸收光谱法等单元素经典分析方法，为了提高锶矿石化学分析方法的灵敏度、准确度和分析速度，亟需引入现代大型仪器分析技术。

DZ/T XXXXX拟由四个部分构成：

——第1部分：锶、钡、钙、镁、铁、铝含量的测定 混合熔剂半熔-电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的在于确立混合熔剂半熔，电感耦合等离子体原子发射光谱法测定锶矿石中锶、钡、钙、镁、铁、铝含量的分析方法；

——第2部分：硫含量的测定 混合熔剂半熔-硫酸钡重量法。目的在于确立混合熔剂半熔，硫酸钡重量法测定锶矿石中硫含量的分析方法；

——第3部分：铝、钙、铁、钾、镁、钠、磷、钛含量的测定 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锶矿石中铝、钙、铁、钾、镁、钠、磷、钛含量的分析方法；

——第4部分：铬、铜、锰、钼、镍、铅、钛、锌含量的测定 封闭酸溶-电感耦合等离子体质谱法。目的在于确立封闭酸溶，电感耦合等离子体质谱法测定锶矿石中铬、铜、锰、钼、镍、铅、钛、锌含量的分析方法。

DZ/T XXXXX.1通过改变混合熔剂，降低了熔矿温度，用瓷坩埚替代了银坩埚，结合灵敏度高、精密度好、抗干扰能力强等特点且具备多元素同时测定能力的电感耦合等离子体原子发射光谱仪（ICP-AES）检测技术，能实现一次熔矿同时测定多个元素，大大降低了检测成本，提高了工作效率。

本文件的四个部分明确了锶矿石样品的分解和测定条件，确定了包括方法检出限、测定范围、精密度、正确度等技术指标和检验参数。让分析人员测定锶矿石时有据可依，从而为锶矿石及其成矿元素、伴生元素和造岩元素的准确测定提供可靠的质量保证，为锶矿资源调查、以及相关矿产品的开发利用以及锶矿品位和储量评价提供有力的技术支撑。

锶矿石化学分析方法

第1部分：锶、钡、钙、镁、铁、铝含量的测定 混合熔剂半熔-电感耦合等离子体原子发射光谱法

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规定的条件。

1 范围

本文件规定了混合熔剂半熔-电感耦合等离子体原子发射光谱法测定锶矿石中的锶、钡、钙、镁、铁、铝的含量。

本文件适用于锶矿石中锶、钡、钙、镁、铁、铝含量的混合熔剂半熔-电感耦合等离子体原子发射光谱法测定。

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%

成分	方法检出限	测定范围	成分	方法检出限	测定范围
锶	0.003	0.01~50	镁	0.004	0.01~10
钡	0.003	0.01~10	铁	0.01	0.03~10
钙	0.04	0.1~15	铝	0.003	0.01~8

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

JJG 768 发射光谱仪检定规程

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

样品经碳酸钠、草酸和硝酸钾混合熔剂半熔分解，热水浸提，待测成分以沉淀形式存在。过滤，将沉淀用酸溶解后制备成样品溶液。样品溶液经雾化后由载气引入氩等离子体炬焰中，待测元素的原子被激发发出特征光谱。在一定浓度范围内，样品溶液中待测元素的浓度与其特征谱线的强度成正比，通过测量特征谱线的信号强度来计算样品中待测元素的含量。

5 试验条件

电感耦合等离子体原子发射光谱仪检测时的温度、湿度、电压和频率等试验条件应符合JJG 768的相关要求。

6 试剂或材料

本文件除非另有说明，在分析中均使用确认为分析纯的试剂。

- 6.1 混合熔剂：称取 100 g 无水碳酸钠（优级纯）、30 g 二水合草酸和 7 g 硝酸钾，在玛瑙研钵中研细并充分混匀备用。
- 6.2 水，GB/T 6682，二级。
- 6.3 王水：取 3 份盐酸（ $\rho=1.19 \text{ g/mL}$ ）与 1 份硝酸（ $\rho=1.42 \text{ g/mL}$ ）混合，现用现配。
- 6.4 王水溶液（1+9）。
- 6.5 王水溶液（5+95）。
- 6.6 盐酸溶液（1+3）。
- 6.7 盐酸溶液（5+95）。
- 6.8 碳酸钠溶液[$\rho(\text{Na}_2\text{CO}_3)=10 \text{ g/L}$]：称取 10 g 无水碳酸钠（优级纯）溶于水中，稀释至 1000 mL，搅匀。
- 6.9 单元素标准储备溶液：具体配制参见附录 A，可优先使用市售有证单元素标准溶液。
- 6.10 多元素混合校准溶液：直接用单元素标准储备溶液（6.9）配制多元素混合校准溶液，可优先使用市售有证多元素混合标准溶液进行稀释。配制的多元素混合校准溶液系列质量浓度见表 2，校准溶液的介质为王水溶液（6.4）。

表2 多元素混合校准溶液系列

单位为 $\mu\text{g/mL}$

序号	元素组合	系列 0	系列 1	系列 2	系列 3	系列 4	系列 5
6.10.1	锶	0	5.00	10.0	25.0	50.0	100
6.10.2	钡	0	0.50	1.00	2.50	5.00	10.0
6.10.3	钙、镁、铁、铝	0	1.00	2.50	5.00	10.0	20.0
配制浓度为100 $\mu\text{g/mL}$ 及以上的校准溶液，0℃~5℃下避光密闭保存，有效期6个月；稀释至1 $\mu\text{g/mL}$ ~10 $\mu\text{g/mL}$ 或其他适当浓度时，0℃~5℃下避光密闭保存，有效期1个月。 注：校准溶液元素浓度可以根据测定溶液的元素含量进行调整。							

6.11 滤纸：慢速定量滤纸， $\Phi 11.0 \text{ cm}$ 。

6.12 氩气 [$\rho(\text{Ar}) \geq 99.996\%$]。

7 仪器设备

- 7.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪。
- 7.2 分析天平：感量 0.1 mg。
- 7.3 马弗炉：最高温度为 1000℃，控温精度±10℃。
- 7.4 控温电热板：最高温度为 210℃，控温精度±5℃。
- 7.5 试验所用仪器设备经过检定或校准合格，并在有效期内。
- 7.6 瓷坩埚：20 mL。

8 样品

- 8.1 按照 GB/T 14505 的相关规定，样品的粒径应小于 97 μm。
- 8.2 样品应在 105℃干燥 2 h~4 h，置于干燥器中，冷却至室温。
- 8.3 称取 0.2 g 样品，精确至 0.1 mg，此为试验用样品。

9 试验步骤

9.1 空白试验

随同样品进行双份空白试验，所用试剂应取自同一瓶试剂，加入同等的量。

9.2 验证试验

随同样品分析同类型，含量相近的标准物质。

9.3 样品分解

9.3.1 熔矿

称取 3 g 混合熔剂（6.1）于瓷坩埚（7.6）中，加入试验用样品（8.3）用细玻璃棒充分搅拌混匀，再覆盖 1 g 混合熔剂（6.1），用一小片定量滤纸将细玻璃棒上沾的样品擦拭干净后放入坩埚中。将瓷坩埚放入马弗炉（7.3）中，由室温升至 420℃保温 30 min，再升温至 710℃，1 h 后取出瓷坩埚。

9.3.2 熔块的浸取

瓷坩埚冷却后，将里面的半熔物转入 200 mL 烧杯中，用水洗净坩埚内壁。调整体积至 75 mL 左右，盖上表面皿，置于电热板（7.4）上加热至沸腾，保持 10 min，取下冷却，此为样品提取液。

9.3.3 沉淀的过滤及洗涤

用滤纸（6.11）将样品提取液（9.3.2）采用倾泻法过滤，再用 60℃~80℃的碳酸钠溶液（6.8）洗烧杯 3 次~4 次、沉淀 8 次~10 次，收集的滤液为滤液 A，保留滤液 A，可用于 SO₃ 含量的测定。

9.3.4 沉淀的酸溶解和定容

用玻璃棒戳穿滤纸后，用 25 mL 的 60℃~80℃盐酸溶液（6.6）将沉淀溶解于原烧杯，并用 60℃~80℃盐酸溶液（6.7）把滤纸洗至白色，将盖上表面皿的烧杯放至电热板上加热至沸。冷却后，将溶液移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，此为样品溶液。

9.3.5 样品溶液的稀释

根据被测元素的含量高低，分取 5.00 mL~25.0 mL 样品溶液（9.3.4）置于 50 mL 容量瓶中，用王水溶液（6.4）稀释至刻度，摇匀，此为样品测定溶液。

9.4 测定

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

9.4.2 建立分析方法，选择元素和波长（参见附录 B 表 B.2），编制样品分析表。分别测定校准溶液系列（6.10）、空白试验溶液（9.1）、验证试验溶液（9.2）、样品测定溶液（9.3.5）中待测元素的谱线强度。

9.4.3 校准曲线绘制：以多元素混合校准溶液系列（6.10）待测元素的质量浓度值为横坐标，待测元素谱线强度值为纵坐标，建立校准曲线。校准曲线每点数据采集至少 3 次，取平均值。

9.4.4 从校准曲线上查得样品测定溶液（9.3.5）中待测元素的浓度值。

9.4.5 两次测定间隔用王水溶液（6.5）清洗系统。

10 试验数据处理

样品中各待测元素的含量以质量分数 $w(B)$ 计，数值以百分数（%）表示，按下式计算：

$$w(B) = \frac{(\rho - \rho_0)V_0V}{mV_1 \times 10000}$$

式中：

ρ ——样品测定溶液（9.3.5）中待测元素的质量浓度的数值，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

ρ_0 ——空白试验溶液（9.1）中待测元素质量浓度的数值，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V_0 ——样品溶液（9.3.4）总体积的数值，单位为毫升（mL）；

V ——样品测定溶液（9.3.5）体积的数值，单位为毫升（mL）；

m ——试验用样品（8.3）的质量的数值，单位为克（g）；

V_1 ——分取样品溶液（9.3.4）体积的数值，单位为毫升（mL）。

所得结果按 GB/T 14505 表示为：XX.XX %、X.XX %、0.XXX %、0.0XX %。

11 精密度

11.1 按 GB/T 6379.2 规定的方法，确定混合熔剂半熔-电感耦合等离子体原子发射光谱法测定锆矿石中的锆、钡、钙、镁、铁、铝含量的重复性和再现性即方法精密度数据统计结果见表 3 和参见附录 C 相关部分。

11.2 在重复性条件下获得的两次独立测试结果，在表 3 给出的水平范围内，其绝对差值超过重复性限（ r ）的情况不超过 5%，重复性限（ r ）按表 3 所列方程式计算。

11.3 在再现性条件下获得的两次独立测试结果，在表 3 给出的水平范围内，其绝对差值超过再现性限（ R ）的情况不超过 5%，再现性限（ R ）按表 3 所列方程式计算。

表3 混合熔剂半熔-电感耦合等离子体原子发射光谱法测定锶矿石中
锶、钡、钙、镁、铁、铝含量的方法精密度

单位为%

元素	水平范围 m	重复性限 r	再现性限 R
锶	12.08~39.97	$r=0.03 m^{0.9467}$	$R=0.122+0.052 m$
钡	0.178~3.31	$r=0.0701 m^{0.7679}$	$R=0.204 m^{0.9972}$
钙	0.198~7.85	$r=0.0885 m^{0.7349}$	$R=0.348 m^{0.4317}$
镁	0.067~3.95	$r=0.0107+0.041 m$	$R=0.0297+0.0987 m$
铁	1.00~5.09	$r=0.0404+0.0291 m$	$R=0.0544+0.0814 m$
铝	0.12~7.22	$r=0.067 m^{0.5562}$	$R=0.186 m^{0.5301}$

注：精密度数据是依据GB/T 6379.2，由10家实验室对5个含量水平样品，分别在重复性条件下测定4次，对数据统计剔除离群后计算得到。

12 正确度

按GB/T 6379.2和GB/T 6379.4规定的方法，确定混合熔剂半熔-电感耦合等离子体原子发射光谱法测定锶矿石中锶、钡、钙、镁、铁、铝含量的重复性限与再现性限以及分析方法的偏倚，统计结果参见附录C相关部分。

13 质量保证和控制

13.1 每批样品分析，应同时进行2个空白试验、20%~30%的平行试验（当样品数量不超过5个时，应进行100%的平行试验）和1个或2个同矿种标准物质验证试验。

13.2 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检查，以避免杂质影响标准的准确度。新配制的标准溶液应转移至经过酸洗、干净的聚丙烯瓶中保存，并定期检查其稳定性。

13.3 由于熔矿时瓷坩埚易被熔剂腐蚀，建议仅使用一次，以保证结果的准确性。

13.4 熔矿温度应控制在680℃~720℃，温度过低会使熔矿不完全，而温度过高会使熔块粘坩难以提取，瓷坩埚腐蚀严重导致空白较高。

13.5 试验用样品最小称样量为0.2 g，最小稀释体积为200 mL，在样品测定溶液被测元素含量满足方法检出限要求的情况下，可以适当增加稀释体积以减小样品测定溶液的基体效应。

13.6 分析者应能熟练操作电感耦合等离子体原子发射光谱仪，了解基体和背景干扰，并能进行正确校正。

13.7 校准曲线一次拟合的相关系数 $\gamma \geq 0.9995$ 。

13.8 可通过在样品溶液稀释过程中加入合适的内标以提高测量精度，减少稀释误差和测量基体效应。

附录 A

(资料性)

单元素标准储备溶液的配制

A. 1 锶标准储备溶液 [$\rho(\text{Sr})=1.000 \text{ mg/mL}$]

准确称取0.118 3 g (按氧化锶纯度99.99%计) 经120℃干燥2 h的高纯氧化锶 (SrO)，置于烧杯中，少量水润湿，加入20mL盐酸(1+1)，盖上表面皿加热至溶解。冷却后移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

A. 2 钡标准储备溶液 [$\rho(\text{Ba})=1.000 \text{ mg/mL}$]

准确称取0.143 7 g (按碳酸钡纯度99.99%计) 经105℃干燥2 h的高纯碳酸钡 (BaCO_3)，置于烧杯中，少量水润湿，加入10mL盐酸(1+1)，盖上表面皿加热至溶解。冷却后移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

A. 3 钙标准储备溶液 [$\rho(\text{Ca})=10.000 \text{ mg/mL}$]

准确称取2.498 7 g 经200℃ \pm 10℃干燥4 h的的碳酸钙纯度标准物质GBW(E)060080 (CaCO_3 ，纯度99.97%)，置于烧杯中，加入20 mL水，再加入2 mL硝酸 (1+1) 至溶解。将溶液移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

A. 4 镁标准储备溶液 [$\rho(\text{Mg})=10.000 \text{ mg/mL}$]

准确称取 1.659 1 g 经 750℃灼烧 2 h的氧化镁纯度标准物质GBW(E) 060317(MgO ，纯度 99.95%) 于烧杯中，盖上表皿，沿杯壁加入 20 mL盐酸 (1+1) 微热溶解。将溶液移入 100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

A. 5 铁标准储备溶液 [$\rho(\text{Fe})=10.000 \text{ mg/mL}$]

准确称取 1.000 1 g 高纯金属铁标准物质GBW01402f (Fe ，纯度 99.986%)，置于烧杯中，加入 10 mL盐酸 (1+1)，加热至溶解。冷却后将溶液移入 100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

A. 6 铝标准储备溶液 [$\rho(\text{Al})=10.000 \text{ mg/mL}$]

准确称取 1.000 0 g (按铝纯度 99.99%计) 高纯铝 (Al)，置于烧杯中，盖上表皿，沿杯壁加入 20 mL盐酸 (1+1)，及少量硝酸微热溶解。将溶液移入 100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

A. 7 配制好的标准储备溶液应使用能密封的硬质玻璃瓶或聚丙烯瓶储存。

附 录 B
(资料性)
仪器参考工作条件

以某电感耦合等离子体原子发射光谱仪为例，仪器参考工作条件见表B.1；各元素测定选用波长见表B.2。

表B.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪参考工作条件

仪器参数	设定值
ICP 功率/ W	1 300
冷却气流量/ (L/min)	15.0
辅助气流量/ (L/min)	0.20
雾化气流量/ (L/min)	0.60
泵速/ (L/min)	1.50
雾化器类型	玻璃同心雾化器

表B.2 分析谱线波长

元素	波长/ nm	元素	波长/ nm
Sr	232.235, 460.733	Mg	285.213
Ba	233.527	Fe	238.863
Ca	317.933	Al	396.153

附录 C

(资料性)

实验室间准确度协作试验数据统计结果

根据GB/T 6379.2 和GB/T 6379.4, 确定了测量方法的重复性限与再现性限以及分析方法的偏倚, 统计结果见表C.1~C.6。

表C.1 锑矿石样品中锑含量：重复性限与再现性限及测量方法偏倚统计结果

统计参数	水 平				
	GBW07392	GBW07393	GBW07394	GBW(E)070200	GBW07396
参加实验室数 (P)	10	10	10	10	10
可接受结果的实验室数 (p)	10	10	10	9	9
总平均值 (\bar{y}) /%	12.08	18.99	39.97	33.46	24.91
认定值 (μ) /%	12.21±0.17	19.17±0.21	39.49±0.22	33.55±0.19	24.71±0.18
重复性标准差 (S_r) /%	0.11	0.20	0.37	0.27	0.21
重复性变异系数/%	0.9	1.0	0.9	0.8	0.8
重复性限 (r) /%	0.30	0.56	1.04	0.76	0.59
再现性标准差 (S_R) /%	0.25	0.52	1.11	0.40	0.34
再现性变异系数/%	2.1	2.8	2.8	1.2	1.4
再现性限 (R) /%	0.72	1.48	3.13	1.14	0.96
测量方法偏倚 (δ) /%	-0.13	-0.18	0.48	-0.09	0.20
($\delta - AS_R^a$) /%	-0.29	-0.52	-0.21	-0.35	-0.02
($\delta + AS_R^a$) /%	0.03	0.15	1.18	0.18	0.42
相对误差 (RE) /%	-1.1	-1.0	1.2	-0.3	0.8

^a AS_R 为测量方法偏倚的 95% 置信区间。

表C.2 锑矿石样品中钒含量：重复性限与再现性限及测量方法偏倚统计结果

统计参数	水 平				
	GBW07392	GBW07393	GBW07394	GBW(E)070200	GBW07396
参加实验室数 (P)	10	10	10	10	10
可接受结果的实验室数 (p)	10	10	10	10	10
总平均值 (\bar{y}) /%	1.16	1.84	3.31	2.84	0.178
认定值 (μ) /%	1.18±0.07	1.87±0.09	3.32±0.07	2.86±0.10	0.18±0.01
重复性标准差 (S_r) /%	0.03	0.05	0.06	0.05	0.006
重复性变异系数/%	2.3	2.5	1.8	1.8	3.6
重复性限 (r) /%	0.08	0.13	0.17	0.14	0.018
再现性标准差 (S_R) /%	0.09	0.15	0.24	0.17	0.012
再现性变异系数/%	7.7	8.2	7.3	6.0	7.0

表 C.2 (续)

统计参数	水 平				
	GBW07392	GBW07393	GBW07394	GBW(E)070200	GBW07396
再现性限 (R) /%	0.25	0.43	0.69	0.48	0.035
测量方法偏倚 (δ) /%	-0.02	-0.03	-0.01	-0.02	-0.002
$(\delta - AS_R^a)$ /%	-0.08	-0.13	-0.16	-0.13	-0.010
$(\delta + AS_R^a)$ /%	0.03	0.06	0.14	0.08	0.006
相对误差 (RE) /%	-1.9	-1.8	-0.4	-0.8	-1.1

^a AS_R 为测量方法偏倚的95%置信区间。

表C.3 锶矿石样品中钙含量：重复性限与再现性限及测量方法偏倚统计结果

统计参数	水 平				
	GBW07392	GBW07393	GBW07394	GBW(E)070200	GBW07396
参加实验室数 (P)	10	10	10	10	10
可接受结果的实验室数 (p)	10	10	10	10	10
总平均值 (\bar{y}) /%	0.251	0.198	1.19	0.981	7.85
认定值 (μ) /%	0.193±0.021	0.143±0.021	1.11±0.04	0.936±0.043	7.60±0.12
重复性标准差 (S_r) /%	0.011	0.009	0.04	0.031	0.13
重复性变异系数/%	4.3	4.5	3.7	3.1	1.6
重复性限 (r) /%	0.030	0.025	0.13	0.087	0.36
再现性标准差 (S_R) /%	0.069	0.076	0.12	0.092	0.36
再现性变异系数/%	27	38	10	9.4	4.6
再现性限 (R) /%	0.19	0.21	0.33	0.26	1.02
测量方法偏倚 (δ) /%	0.061	0.058	0.081	0.041	0.255
$(\delta - AS_R^a)$ /%	0.018	0.011	0.007	-0.017	0.028
$(\delta + AS_R^a)$ /%	0.104	0.105	0.155	0.099	0.482
相对误差 (RE) /%	32	41	7.3	4.4	3.4

^a AS_R 为测量方法偏倚的95%置信区间。

表C.4 锶矿石样品中镁含量：重复性限与再现性限及测量方法偏倚统计结果

统计参数	水 平				
	GBW07392	GBW07393	GBW07394	GBW(E)070200	GBW07396
参加实验室数 (P)	10	10	10	10	10
可接受结果的实验室数 (p)	10	10	10	10	10
总平均值 (\bar{y}) /%	0.092	0.067	0.272	0.230	3.95
认定值 (μ) /%	0.088 6±0.005 4	0.060 9±0.005 4	0.271 ±0.012	0.235 ±0.012	3.91±0.09
重复性标准差 (S_r) /%	0.006	0.004	0.008	0.008	0.06
重复性变异系数/%	6.5	5.6	2.9	3.5	1.5
重复性限 (r) /%	0.017	0.011	0.023	0.023	0.16
再现性标准差 (S_R) /%	0.016	0.017	0.011	0.013	0.19

表 C. 4 (续)

统计参数	水 平				
	GBW07392	GBW07393	GBW07394	GBW(E)070200	GBW07396
再现性变异系数/%	18	25	4.1	5.7	4.7
再现性限 (R) /%	0.046	0.047	0.031	0.037	0.52
测量方法偏倚 (δ) /%	0.003	0.006	0.002	-0.01	0.04
($\delta-AS_R^a$) /%	-0.008	-0.005	-0.005	-0.019	-0.08
($\delta+AS_R^a$) /%	0.013	0.016	0.01	-0.002	0.16
相对误差 (RE) /%	3.4	10	0.7	-4.3	1.1

^a AS_R 为测量方法偏倚的95%置信区间。

表C. 5 铈矿石样品铁含量：重复性限与再现性限及测量方法偏倚统计结果

统计参数	水 平				
	GBW07392	GBW07393	GBW07394	GBW(E)070200	GBW07396
参加实验室数 (P)	10	10	10	10	10
可接受结果的实验室数 (p)	10	10	10	10	10
总平均值 (\bar{y}) /%	5.09	4.39	1.00	1.90	1.49
认定值 (μ) /%	5.08±0.07	4.36±0.09	1.00±0.03	1.91±0.05	1.50±0.07
重复性标准差 (S_r) /%	0.06	0.06	0.02	0.03	0.04
重复性变异系数/%	1.2	1.4	2.2	1.6	2.4
重复性限 (r) /%	0.18	0.18	0.06	0.09	0.10
再现性标准差 (S_R) /%	0.17	0.16	0.06	0.06	0.05
再现性变异系数/%	3.3	3.7	5.7	3.4	3.4
再现性限 (R) /%	0.48	0.46	0.16	0.18	0.14
测量方法偏倚 (δ) /%	0.007	0.026	0.002	-0.011	-0.01
($\delta-AS_R^a$) /%	-0.099	-0.076	-0.034	-0.052	-0.043
($\delta+AS_R^a$) /%	0.113	0.129	0.038	0.031	0.024
相对误差 (RE) /%	0.1	0.6	0.2	-0.6	-0.7

^a AS_R 为测量方法偏倚的95%置信区间。

表C. 6 铈矿石样品中铝含量：重复性限与再现性限及测量方法偏倚统计结果

统计参数	水 平				
	GBW07392	GBW07393	GBW07394	GBW(E)070200	GBW07396
参加实验室数 (P)	10	10	10	10	10
可接受结果的实验室数 (p)	10	9	9	9	9
总平均值 (\bar{y}) /%	7.22	4.30	0.12	1.67	0.82
认定值 (μ) /%	7.27±0.12	4.28±0.08	0.116±0.011	1.70±0.05	0.921±0.037
重复性标准差 (S_r) /%	0.08	0.04	0.01	0.04	0.02
重复性变异系数/%	1.1	1.0	6.0	2.1	2.6
重复性限 (r) /%	0.22	0.13	0.02	0.10	0.06

表 C.6 (续)

统计参数	水 平				
	GBW07392	GBW07393	GBW07394	GBW(E)070200	GBW07396
再现性标准差 (S_R) /%	0.23	0.10	0.02	0.08	0.08
再现性变异系数/%	3.2	2.3	16	4.9	9.8
再现性限 (R) /%	0.66	0.28	0.05	0.23	0.23
测量方法偏倚 (δ) /%	-0.045	0.019	0	-0.029	-0.098
($\delta - AS_R^a$) /%	-0.191	-0.043	-0.012	-0.081	-0.149
($\delta + AS_R^a$) /%	0.1	0.082	0.012	0.023	-0.048
相对误差 (RE) /%	-0.6	0.4	0.0	-1.7	-10.6
^a AS_R 为测量方法偏倚的 95%置信区间。					

参 考 文 献

- [1] DZ/T 0130.3—2006 地质矿产实验室测试质量管理规范 第3部分：岩石矿物样品化学成分分析.
- [2] 岩石矿物分析编委会. 岩石矿物分析：第三分册[M]. 第四版. 北京：地质出版社，2011. 1.
-