

《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》（报批稿）

编 制 说 明

国家地质实验测试中心

二〇二〇年十二月

目 次

第一章 工作简况.....	1
第一节 任务来源.....	1
第二节 编制过程.....	1
第三节 主要编制人员.....	4
第四节 参加方法精密度协作试验的单位.....	1
第二章 标准编制原则和确定标准主要内容的依据.....	3
第一节 标准编制的主要原则.....	3
第二节 确定标准主要内容依据.....	3
第三章 主要试验(或验证)的分析、综述报告、技术经济论证及预期的经济效果.....	6
第一节 样品分解方法的确定.....	6
第二节 样品测定方法的确定.....	7
第三节 样品碱熔体系的选择.....	8
第四节 仪器工作参数的选择.....	11
第五节 样品测定参数.....	11
第六节 分析方法质量参数的确定(方法室内精密度确定和准确度协作试验).....	24
第七节 技术经济论证及预期的经济效果.....	43
第四章 采用国际标准和国外先进标准的程度以及与国际、国内同类标准水平的对比情况.....	45
第五章 与有关的现行法律、法规和标准的关系.....	47
第六章 重大分歧意见的处理经过和依据.....	48
第七章 标准作为强制性和推荐性标准的建议.....	49
第八章 贯彻标准的要求和措施建议.....	50
第九章 废止现行有关标准的建议.....	51
第十章 其他应予说明的事项.....	52

《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》（报批稿）编制说明

第一章 工作简况

第一节 任务来源

制定《锶矿石 锶、钡、钙、镁、铁、铝成分量测定 混合熔剂半熔-电感耦合等离子体原子发射光谱法》是中国地质调查局 2013 年工作项目《地质矿产实验测试标准方法研制》（工作项目编号：12120113021500）中的工作内容之一（2013 年任务书编号：总[2013]02-038-003、2014 年任务书编号：总[2014]04-023-010），所属计划项目为《地质调查标准化建设与标准研制更新》，工作起止年限 2013-2016。工作项目的承担单位：国家地质实验测试中心。

2019 年 11 月，经自然资源部批准，本标准正式列入 2019 年自然资源行业标准制修订工作计划（见自然资办发〔2019〕49 号文《自然资源部办公厅关于印发 2019 年度自然资源标准制修订工作计划的通知》），计划号为 201913007。

第二节 编制过程

本项工作由 2013 年 2 月开始启动，根据任务书的要求，首先编制了项目工作内容设计书，设计书于 2013 年 3 月 1 日-2 日通过了中国地质调查局组织有关专家的审查，根据专家审查意见于 3 月 12 日

完成了对设计书的修改，同时向项目组织实施单位国家地质实验测试中心提交了修改后的工作内容设计书和设计修改说明。确定了标准的工作内容为研制锶矿石成分分析标准物质 3 种（每种重量 100-150kg）和《锶矿石 锶、钡、钙、镁、铁（硅、铝、锰、锌）等元素量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法（ICP-AES）》标准方法一项。

通过方法试验研究最终制定了《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》标准方法，本部分为标准方法的编制说明。

一、起草阶段（形成征求意见稿）

2014 年 11 月至 2015 年 6 月，按照工作部署，完成了方法试验研究工作，包括 5 个协作试验用样品（其中 4 个为本工作内容研制的锶矿石标物候选物样品，1 个为辽宁省地质矿产研究院研制的锶矿石标物质候选物样品）的采集和制备、均匀性和部分稳定性检验（相关部分见《锶矿石标准物质研制报告》）、样品前处理方法的选择、用不同原理测试方法对结果进行比对验证、样品测定参数和仪器工作条件的选择等，编制了标准分析方法草案和编制说明初稿。

2015 年 7 月至 10 月，选择了地质行业 10 家有相关测试经验的并且有资质的实验室，发放了标准分析方法草案和协作试验样品，2015 年 11 月至 2016 年 4 月对 10 家实验室提交的实验数据进行统计分析，2016 年 5 月对部分离群数据进行复检，确定分析方法重复性限与再现性限，于 2016 年 6 月完成了《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（征求意见稿）》及编制说明（以下简称“《征求意见稿》”）。

二、征求意见阶段（形成送审稿）

2016年7月~8月采取函审的方式将《征求意见稿》广泛征求专家意见，共发送《征求意见稿》的36家单位，包括了原国土资源部直属的科研院所和各省局实验室，除此之外还有清华大学、中国地质大学、武警黄金地质研究所、钢铁研究总院分析测试研究所、中国冶金地质总局正元地质勘查院、北京矿冶研究总院和核工业北京地质研究院等原国土资源部系统外的单位。收到《征求意见稿》后回函并有意见的有28家单位数，全部同意将《征求意见稿》修改后送审并报批。

2016年9月至2019年5月，根据函审收集的专家的意见，对《征求意见稿》进行了修改完善，在征求意见过程中总共收集意见154条，采纳108条，部分采纳12条，未采纳34条，未采纳和部分采纳的均给出了未采纳原因的具体说明，详细情况见《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》征求意见汇总处理表的表1部分。最终形成了《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（送审稿）》及编制说明。

三、审查阶段（形成报批稿）

2019年6月21日至23日，全国国土资源标准化技术委员会地质矿产实验测试分技术委员会（SAC/TC93/SC4）组织委员在北京召开标准审查会，对国家地质实验测试中心提交的《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（送审稿）》、编制说明及征求意见汇总处理表进行审查。审查结论为“同意通过审查，修改完善后作为自然资源部行业标准申报”。TC全体委员人数为25人，实际投票

21 人，18 人同意通过，3 人回避；技术专家共 3 人同意通过。

2019 年 7 月至 2020 年 9 月，标准起草人根据会议纪要和标准审查专家纪录表上专家提出的意见对标准方法（送审稿）及编制说明修改完善后形成报批稿。专家意见处理情况见《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（报批稿）》征求意见汇总处理表的表 2 地质矿产实验测试分技术委员会审查意见汇总表。

2020 年 10 月，随着《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则（GB/T 1.1—2020）》的发布和实施，标准主要起草人于 2020 年 10 月参加了自然资源部经济研究院组织的“自然资源标准化能力建设及标准质量提升培训班”网络培训，学习了新版《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则（GB/T 1.1—2020）》和网络模板的使用。又按照 GB/T 1.1—2020 对标准方法报批稿的文本格式按照新的起草规则进行了修改，增加了“3 术语和定义”部分，对标准方法的文字的其他细节部分也按新的规则进行了修改。2020 年 12 月修改完成最终形成《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（报批稿）》、编制说明及征求意见汇总处理表。

第三节 主要编制人员

主要编制人员情况，见表 1。

表 1 主要编制人员情况

序号	姓名	学历	专业	职称	专业工作年限	对制定标准的具体贡献
1	孙德忠	本科	分析化学	教授级高工	30	制定项目设计书,指导方法试验、组织方法精密度协作试验与数据统计分析,标准文本及编制说明编写和修改
2	陈宗定	硕士	化学工艺	助研	5	参与方法试验和方法验证工作
3	谢冰晶	博士	第四纪地质学	讲师	10	精密度协作试验样品准备
4	许春雪	博士	分析化学	研究员	18	参与方法试验和方法验证工作
5	安子怡	硕士	分析化学	高工	14	参与方法试验和方法验证工作
6	王亚平	博士	地球化学	研究员	37	精密度协作试验样品准备
7	王苏明	本科	分析化学	教授级高工	37	标准文本及编制说明编写和修改

第四节 参加方法精密度协作试验的单位

参加方法精密度协作试验的有如下 10 家单位,其中有 9 个为地质行业实验室,代表着地质行业的实验室的平均测试水平:

(1) 辽宁省地质矿产研究院(原国土资源部沈阳矿产资源监督检测中心)

(2) 青海省地质矿产测试应用中心(原国土资源部西宁矿产资源监督检测中心)

(3) 中核集团核工业北京地质研究院

(4) 黑龙江省地质矿产测试应用研究所(原国土资源部哈尔滨矿产资源监督监测中心)

(5) 陕西省地质矿产实验研究所有限公司（原国土资源部西安矿产资源监督检测中心）

(6) 江苏省地质调查研究院（原国土资源部南京矿产资源监督检测中心）

(7) 中国地质科学院地球物理地球化学勘查研究所分析测试研究中心（原国土资源部地球化学勘查监督监测中心）

(8) 湖北省地质实验测试中心（原国土资源部武汉矿产资源监督检测中心）

(9) 安徽省地质实验研究所（原国土资源部合肥矿产资源监督检测中心）

(10) 国家地质实验测试中心

第二章 标准编制原则和确定标准主要内容的依据

第一节 标准编制的主要原则

分析方法技术成熟可靠,有广泛的应用基础;分析技术比较先进,有助于先进技术方法的推广应用;考虑多元素同时测定,提高工作效率并尽量降低使用成本。标准方法应同时具备适用性、先进性、可证实性及规范性原则。

第二节 确定标准主要内容依据

标准方法的整体结构和内容编写方法国家标准有统一要求和规定,我国各级标准应按照我国最新发布的国家标准:标准化工作导则、指南和编写规则的规定进行编写。尤其应遵循《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》的规定编写。方法标准还要参照《GB/T 20001.4-2015 标准编写规则第4部分:试验方法标准》、《GB/T 14505-2010 岩石和矿石化学分析方法总则及一般规定》等国家标准进行编写,尽量做到编写的标准合乎规范。

本方法的主要实验参数是通过相关的条件试验来确定的。

本标准的主要技术指标包括方法检出限、测定范围(方法定量限~方法测定上限)、精密度、正确度等。

一、方法检出限(D.L)

方法检出限(D.L)是指特定分析方法在给定的置信度内可从样品中检测出待测物质的最小浓度或最小量。所谓“检出”是指定性检出,即判定样品中存有浓度高于空白的待测物质。

方法检出限(D.L)是指特定分析方法中,分析物能够被识别和

检测的最低浓度。目前方法检出限一般是采用 12 个实验室全流程试剂空白，按照方法附录中规定的仪器条件，将仪器调整到最佳状态，连续测定值的 3 倍标准偏差所相当的分析物浓度。

二、方法定量限（测定范围下限）是指特定分析方法中，分析物能够被识别、检测并报出数据的最低浓度，也就是说其置信度要比方法检出限更高，就是测定范围的下限。目前采用 12 个实验室全流程试剂空白，连续测定值的 10 倍标准偏差所相当的分析物浓度，作为定量分析下限的估计值。

三、方法测定范围上限一般是通过用相当于样品溶液中分析物浓度范围的标准溶液，按照方法中规定的实验条件，测定方法的光谱强度—浓度校准曲线，测定该实验条件下被测物质符合 Beer 定律的浓度范围，通过线性回归方程一次拟合度检验，本方法线性范围的评价参数为曲线的相关系数 $\gamma \geq 0.9995$ 。测定上限的浓度是根据校准曲线线性范围上限乘以稀释倍数 5000 并参照锗矿石中锗、钡、钙、镁、铁、铝成分的常规含量确定的。

四、精密度和正确度是通过按照 GB/T 6379.1—2004《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》的要求，邀请了 10 个实验室参加方法准确度协作试验，将 5 个精密度协作试验样品发放到 10 家实验室，要求对所接受的精密度试验样品所测试的元素提供 4 个独立分析数据，然后根据 GB/T 6379.2—2004《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》来对数据统计计算，计算出各元素重复性标准差 S_r 和重复性限 r 、再现性标准差 S_R 和再现性限 R 、以及它们和含量水平 m 之间的函数关系式。正确度是依据《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 6379.4—2004）》计算出测量方法的偏倚 δ 。

第三章 主要试验(或验证)的分析、综述报告、技术经济论证及预期的经济效果

第一节 样品分解方法的确定

已知锶矿物有 10 多种，其中主要锶矿物有天青石、菱锶矿、钡天青石等。天青石是化学组成为 SrSO_4 的晶体，菱锶矿的化学组成为 SrCO_3 。锶矿石主要分析项目有氧化锶和三氧化硫，其次是氧化钡、氧化钙、氧化镁。根据工业上的不同要求可增加测定二氧化硅、三氧化二铁、三氧化二铝、氟、二氧化碳、氧化钠、氧化钾、伴生的微量元素以及锶矿物的物相分析等。

锶矿物虽然多数不完全溶于酸，但其中的硅酸盐矿物相还是可以采用氢氟酸-高氯酸等酸溶法处理。通常采用碳酸钠在铂坩埚中熔融分解锶矿石，使硫酸锶转化为碳酸锶，过滤与硫酸根分离；碳酸盐沉淀酸溶后测定锶、钡、氧化钙和氧化镁等，滤液可用硫酸钡重量法测定三氧化硫。锶矿石也可用碳酸钠和过氧化钠在刚玉坩埚、银坩埚或镍坩埚中熔融分解，也可用氢氧化钠和过氧化钠等强碱全熔使矿样分解完全，不过滤直接酸化，但酸化后大量的硫酸根仍在体系中，会与溶液中的锶、钡形成沉淀。试验证明，氢氧化钠和过氧化钠全熔直接酸化的系统溶液用来测定锶，结果明显比半熔法偏低，钡也略有偏低。而 Ca、Mg、Fe、Al、K、Si 结果均为满意。

另外偏硼酸锂熔融也可用于样品的分解测定主量元素，通过实验发现常规的熔剂/质比例 4:1 时由于样品中硫酸根含量较高，会使熔融物黏稠造成脱坩困难。直到熔剂/质比提高一倍到 8: 1 时，才能顺利脱坩，但由于没有锶矿石标准物质需要进行标准溶液的基体匹配才能

测定 Sr 和 Ba。

本标准采用碳酸钠、草酸和硝酸钾半熔分解样品，热水提取，过滤，盐酸溶解沉淀，用等离子体全谱直读光谱仪测定锶、钡、铝、钙、镁、铁等元素。相对目前使用的传统化学分析方法方法流程更简单，精度高，把大型仪器-电感耦合等离子体发射光谱仪引入到锶矿石主成分测定分析中，实现了锶矿石多元素的同时测定，成本低、效率高。

第二节 样品测定方法的确定

近几十年来，随着仪器分析技术的发展，锶矿石分析测定正在向着直接、快速、多元素仪器分析的方向发展，如原子吸收光谱法(AAS)、电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-AES)、电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)和 X 射线荧光光谱法(XRF)等。目前，高精度、多元素快速测试的 AAS 法迅速发展，已用于测定锶矿石中锶及伴生元素和微量元素，分析时只要控制好测定溶液中氧化锶、氧化钙、氧化镁和氧化钡等检测组分含量和介质，采用原子吸收光谱法测定锶矿石中氧化锶、氧化钡、氧化钙、氧化镁、全铁等分析组分，均能获得满意的结果。X 射线荧光光谱法对样品前处理还存在一定的局限性以及目前还缺少天青石、菱锶矿等国家一级标准物质，特别是高含量锶的标准物质等问题，都影响它的广泛使用。AAS 法测定氧化锶方法操作简便、快速、干扰少、结果准确、适用中低含量锶的测定。EDTA 容量法测定氧化锶程序复杂、不易掌握、误差较大、适用中高含量锶的测定。重量法测定氧化锶操作复杂、手续冗长、结果准确、干扰少、适用高含量锶的测定。而电感耦合等离子体发射光谱法和原子吸收法相比线性范围宽，检出限低，可同时测定锶矿石中高、中、低含量的锶、钡、钙、镁、铝、铁等元素，是更实用更快速的锶矿石仪器检测

方法。

目前常见锶矿石分解方法和测定方法及其优缺点见表 2。

表 2 常见锶矿石分解测定方法及其优缺点

方法	优点	缺点
四酸-光谱	操作简单，成本低。空白低	不能使锶矿石全熔，很多元素结果偏低。
封闭酸溶-质谱	空白低，可测定大多痕量元素。	成矿元素锶钡偏低。
碳酸钠全熔沉淀复溶-光谱	可以定量测定锶矿石中大多主元素及成矿元素。	溶矿温度高，需使用白金坩埚，成本高。
混合熔剂半熔沉淀复溶-光谱（本法）	可以定量测定锶、钡、钙、镁、铁、铝等元素，熔矿温度低，可使用瓷坩埚，成本低。	不能测定 SiO ₂
偏硼酸锂熔融-光谱	可以定量测定大多主元素	脱坩困难。没有锶矿石标样，无法定量测定成矿元素锶、钡。
融片-X 荧光	可以定量测量大多主元素及成矿元素	没有锶矿石标样，需配制人工标样。
碳酸钠和氢氧化钠熔融沉淀复溶-光谱	可以定量测量大多主元素及成矿元素	熔矿温度较高，需用银，石墨或刚玉坩埚，成本较高。
过氧化钠氢氧化钠全熔直接酸化光谱	可以定量测定锶矿石中包括二氧化硅的大多主元素	成矿元素锶钡偏低。
混合溶剂半熔沉淀复溶-原子吸收	可以定量测定锶矿石中，锶、钡、钙、镁、铁等。测定成本低，结果准确。	需逐个元素测定，费时。
混合溶剂半熔沉淀复溶-容量法、重量法或分光光度法	可以定量测定锶矿石中的锶，钡、铝、铁等	费时，成本高

第三节 样品碱熔体系的选择

本方法的熔矿方法比较经典，主要目的是测定锶矿石（天青石、钡天青石和菱锶矿）中的成矿元素锶和钡，可以使用成本低的瓷坩埚，

用无水碳酸钠-草酸-硝酸钾混合熔剂熔融分解，使硫酸锶转化为碳酸锶，过滤与硫酸根分离。碳酸盐沉淀经盐酸溶解后用电感耦合等离子体发射光谱仪测定锶、钡、钙、镁、铁、铝。这个方法的最高分解温度为 720°C，比常规的碳酸钠分解温度（1000°C）低，可以用便宜的瓷坩埚替代铂坩埚，大大降低了检测时间和检测成本。

碳酸钠：草酸：硝酸钾比例为 100：30：7，即 100g 无水碳酸钠加上 30 克二水合草酸再加上 7 克硝酸钾充分混匀并研细备用。此熔剂常用于分解铁矿、锶矿、和炉渣，熔矿温度为 660°C~900°C，其中草酸分解出二氧化碳起疏松作用，硝酸钾为氧化剂。通过条件实验发现，最高熔样温度为 720°C 并保温一个小时，这时瓷坩埚不会严重腐蚀，熔块易提取，过滤后滤纸上的沉淀能够被酸完全溶解，并能洗至滤纸完全变白。如果熔矿温度低于 650°C，由于样品硫酸盐没有完全被置换成碳酸盐，导致最后滤纸上的沉淀不能被盐酸充分溶解，滤纸反复酸洗后还是发黄，测量结果偏低。如果温度高于 750°C，瓷坩埚腐蚀较重，熔块不易提取。铝的空白较高。通过试验最终确定为最高熔矿温度为 720°C，并保温 1 个小时。能使样品中的硫酸盐充分转化为碳酸盐。

经过条件实验确定样品的前处理流程为：称取 3g 混合溶剂加入试料 0.2g 置于瓷坩埚中用细玻璃棒充分搅拌混匀，再覆盖 1g 混合溶剂，放入马弗炉由低温升至 420°C 保温 30 min，再升温至 720°C，1 h 后取出。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。补水至 75 mL 左右，盖上表面皿，置于电热板上加热至沸，保温 10 min 后取下冷却，此为样品提取液。提取液用慢速滤纸过滤后，再用热的 1% 碳酸钠溶液洗烧杯 3-4 次、沉淀 8-10 次，保留滤液 A，用于 SO₃ 含量的测定。用玻璃棒戳穿滤纸后，以 25mL 热盐酸溶液（1+3）

将沉淀洗回原烧杯，再用热盐酸溶液（5+95）把滤纸洗至白色，盖上表面皿，将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，用水定容至刻度，摇匀，此为试料溶液。根据被测元素含量高低，分取 5 mL~25 mL 试料溶液置于 50 mL 容量瓶中，用王水溶液（1+9）稀释至刻度，摇匀为上机测定溶液。混合熔剂半熔和碳酸钠全熔的结果对比见表 3。

表 3 混合熔剂半熔和碳酸钠全熔法结果对比

单位为%

样品编号	成份	认定值	半熔法测定均值*	全熔法测定均值*	半熔法相对误差 (RE)	全熔法相对误差 (RE)	相对误差允许限 (Y _B)
GBW07392	Sr	12.21	12.05	12.36	-1.3	1.2	2.0
	Ba	1.18	1.17	1.11	-0.8	-5.9	4.5
	CaO	0.27	0.295	0.305	5.4	8.9	6.5
	MgO	0.147	0.135	0.173	-8.2	17.7	7.6
	Fe ₂ O ₃	7.26	7.40	7.45	1.9	2.6	2.5
	Al ₂ O ₃	13.74	13.85	13.84	0.8	0.7	1.9
GBW07393	Sr	19.17	19.25	19.41	0.7	1.2	1.6
	Ba	1.87	1.91	1.68	2.1	-10.2	4.0
	CaO	0.20	0.220	0.218	10.0	9.0	7.2
	MgO	0.101	0.095	0.128	-5.9	26	8.2
	Fe ₂ O ₃	6.23	6.38	6.42	2.4	3.0	2.6
	Al ₂ O ₃	8.09	8.23	8.15	1.7	0.7	2.4

注*：4 次样品测定结果均值

从上表可以看出，除了含量很低的元素外，基上两种方法的结果均能满足《地质矿产实验室测试质量管理规范（DZ/T 0130-2006）》的相对误差允许限的要求。

第四节 仪器工作参数的选择

本方法的测量条件实验是在 PE 公司的光谱仪 PerkinElmer Optima 8000 上进行的由于为多元素分析，要兼顾各元素的结果，经过仪器测量条件实验优化得到仪器的参考工作参数见表 4，不同的厂家的仪器，工作参数各不相同，需要根据所测样品做仪器测量条件实验来确定。

表 4 电感耦合等离子体原子发射光谱仪工作参考条件

参 数	设定值
ICP 功率 (W)	1300
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)	1.5
雾化器类型	玻璃同心雾化器

第五节 样品测定参数

本部分适用于锶矿石中锶、钡、钙、镁、铁、铝含量的电感耦合等离子体原子发射光谱法同时测定。

一、测定元素及波长、测定上限。

电感耦合等离子体发射光谱分析法的线性范围一般可达 5 个数量级，对于主元素，由于浓度相对较高，有些元素的灵敏线在高含量测定时会引起工作曲线弯曲，因此在本方法中，主元素锶的测定选择次灵敏线，使被测溶液锶的含量在测定线性范围内。本方法主要目的是为了准确测定锶矿石中的成矿元素锶，由于碱熔造成样品测定溶液

的含盐量比较高，而样品中的锶含量都比较高，因此采用高倍稀释以尽量减少测量溶液的基体效应，根据被测元素的含量高低，稀释倍数一般保持在 1000~5000 之间，根据样品中的锶的含量，最高标准溶液的浓度为 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。锶的标准系列的浓度为 0、5、10、25、50、100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，选择了四条不同波长的锶的分析线，得到的相关系数见表 5。其中 Sr 407.771 nm 线强度高，过饱和。Sr 421.552 nm 线强度较高产生弯曲，相关系数 $\gamma < 0.9995$ 。所以只能选用 Sr 460.733 和 Sr 232.235nm 这两条测定线。

表 5 锶的分析波长的选择

波长 (nm)	407.771	421.552	460.733	232.235
强度	120000	63000	400	14
相关系数 (γ)	—	0.997283	0.999984	0.999987

根据以上原则选定其他元素的测量谱线。

二、测量元素的标准溶液的配制

根据锶矿石的中各元素含量，初步确定电感耦合等离子体发射光谱可分析元素，选择元素分析用谱线，配制的多元素混合校准溶液的元素组合、浓度、介质见表 6。

表 6 多元素混合校准溶液的元素组合、浓度和介质

标准工作溶液编号	元素	元素浓度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	溶液介质
标准工作溶液 1	Sr	5	王水溶液 (1+9)
	Ba	0.5	
	Ca、Mg、Fe、Al	1	
标准工作溶液 2	Sr	10	王水溶液 (1+9)
	Ba	1	
	Ca、Mg、Fe、Al	2.5	

标准工作溶液编号	元素	元素浓度 (µg/mL)	溶液介质
标准工作溶液 3	Sr	25	王水溶液 (1+9)
	Ba	2.5	
	Ca、Mg、Fe、Al	5	
标准工作溶液 4	Sr	50	王水溶液 (1+9)
	Ba	5	
	Ca、Mg、Fe、Al	10	
标准工作溶液 5	Sr	100	王水溶液 (1+9)
	Ba	10	
	Ca、Mg、Fe、Al	20	

用上述标准溶液做校准曲线如下，可以看出在测量范围内，选定的元素测量线的标准溶液的线性相关系数都达到 $\gamma \geq 0.9995$ 。

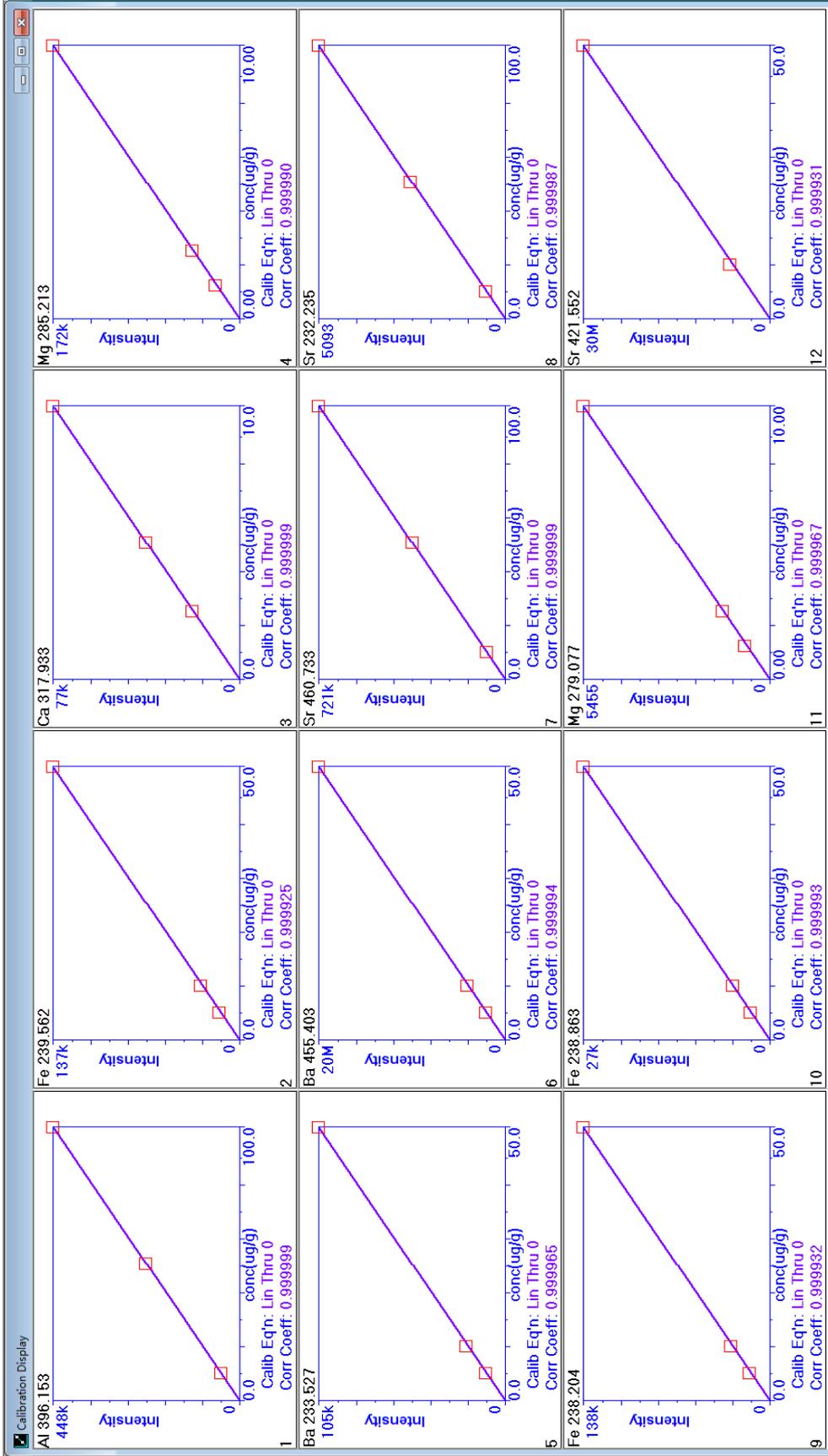


图 1、标准曲线图

并最终确定各元素分析谱线的波长和线性范围(见表 7)。

表 7 所测元素的线性范围

元素	谱线 (nm)	线性范围上限 ($\mu\text{g/mL}$)
Sr	232.235	500
	460.733	100
Ba	233.527	50
Ca	317.933	250
Mg	285.213	50
Fe	238.863	100
Al	396.153	500

注：标准溶液的线性相关系数达到 $\gamma \geq 0.9995$

三、方法检出限、定量限和测定上限

方法检出限及测定范围见表 8 和表 9。表 9 列出元素测定上限的浓度是根据常规锶矿石中锶、钡、钙、镁、铁、铝的测定范围是根据校准曲线线性范围上限乘以稀释倍数 5000 并参照锶矿石的常规含量确定的。

表 8 方法检出限

元素	波长 (nm)	方法检出限 ^a ($\mu\text{g/g}$)	方法定量限 ^b (%)
Sr	232.235	800	0.25
	460.733	30	0.01
Ba	233.527	30	0.01
Ca	317.933	400	0.1
Mg	285.213	40	0.1
Fe	238.863	100	0.03
Al	396.153	30	0.01

- ^a 方法检出限是用方法流程空白 12 次测定结果的 3 倍标准偏差在 5000 倍稀释倍数条件下计算求得
- ^b 方法定量限为 10 倍标准偏差，在 5000 稀释倍数条件下的计算求得，是用表 4 所列仪器条件测定

表 9 方法检出限和测定范围

成 分	方法检出限 (%)	测定范围 (%)
Sr	0.003	0.01~50
Ba	0.003	0.01~10
Ca	0.04	0.1~15
Mg	0.004	0.01~10
Fe	0.01	0.03~10
Al	0.003	0.01~8

四、光谱干扰及扣除、背景影响及扣除

锶矿石中锶元素含量较高，所选分析谱线的背景可忽略不计。其它元素含量较低，背景影响比较明显，测量时均用计算机系统软件自动扣除背景，对于基体复杂的样品，背景扣除是不可避免的，为了补偿背景干涉，分别对样品空白、试样溶液、标准溶液作扫描分析。从所得的扫描图分析背景和元素间干扰情况。背景扣除位置见图 2~图 8。

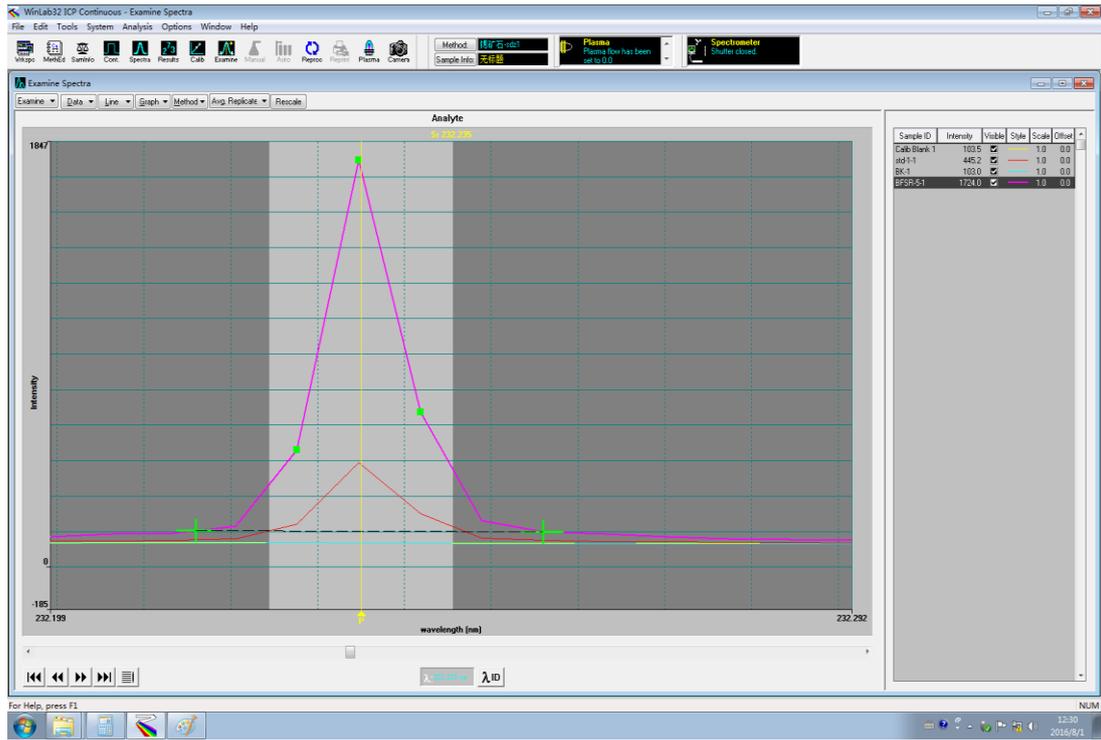


图 2、Sr 232.235nm 测量谱图

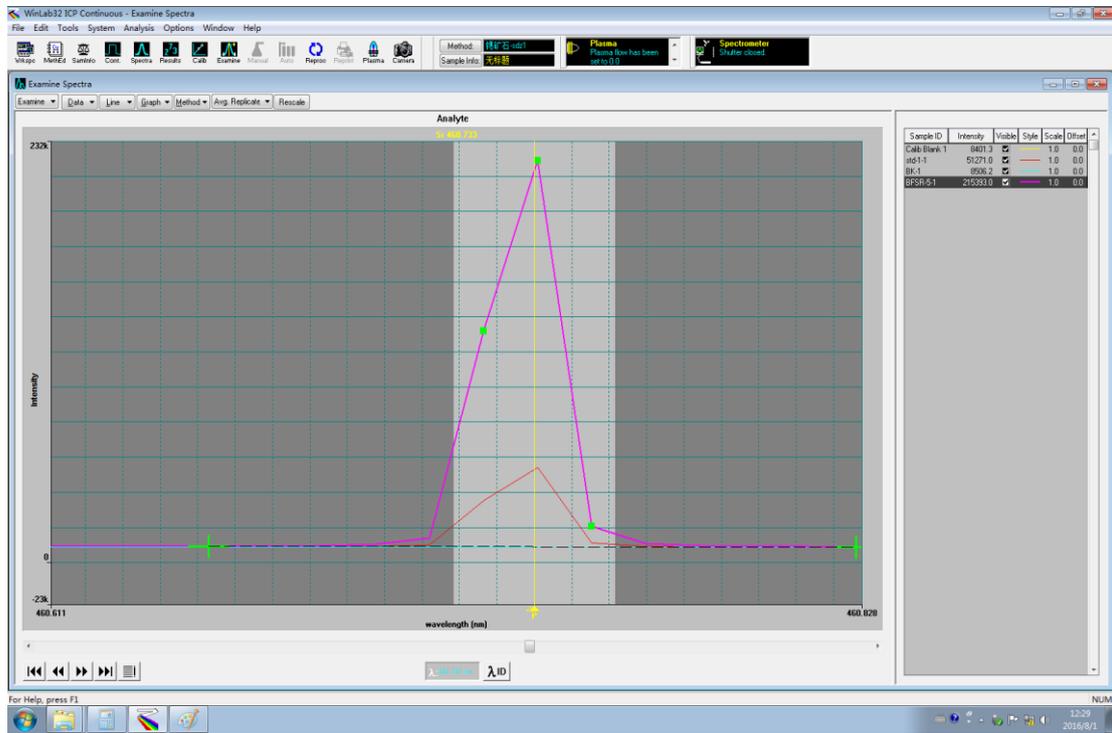


图 3、Sr 460.733nm 测量谱图

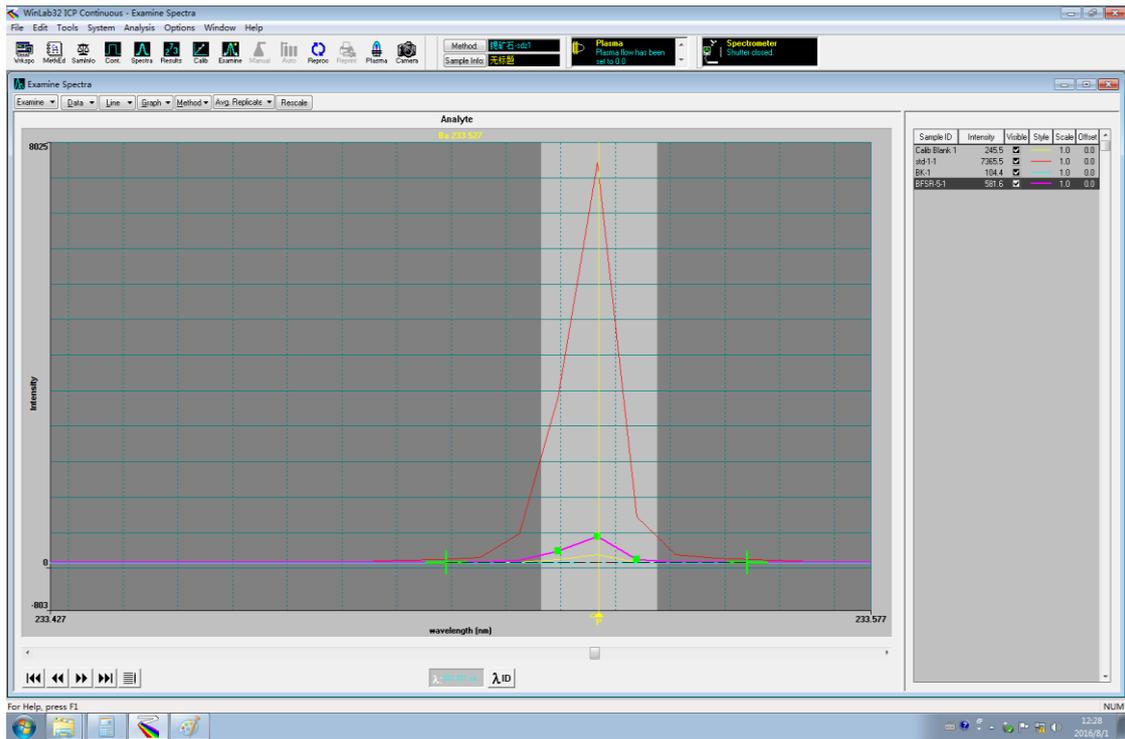


图 4、Ba 233.527nm 测量谱图

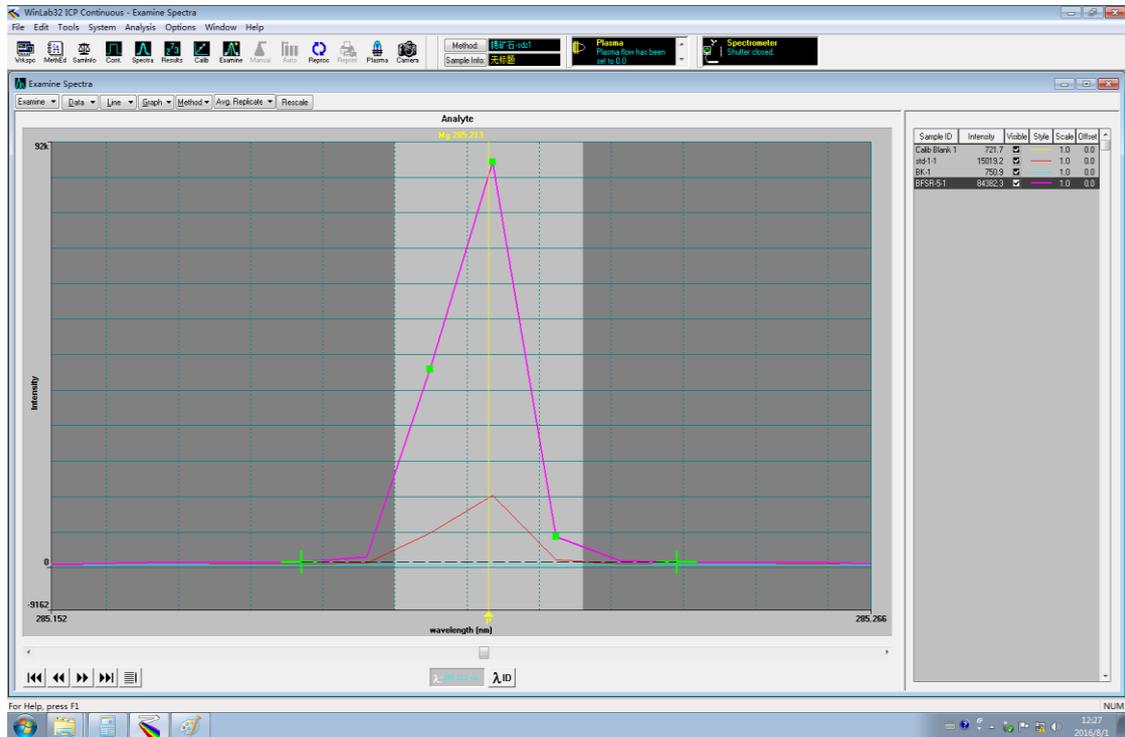


图 5、Mg 285.213nm 测量谱

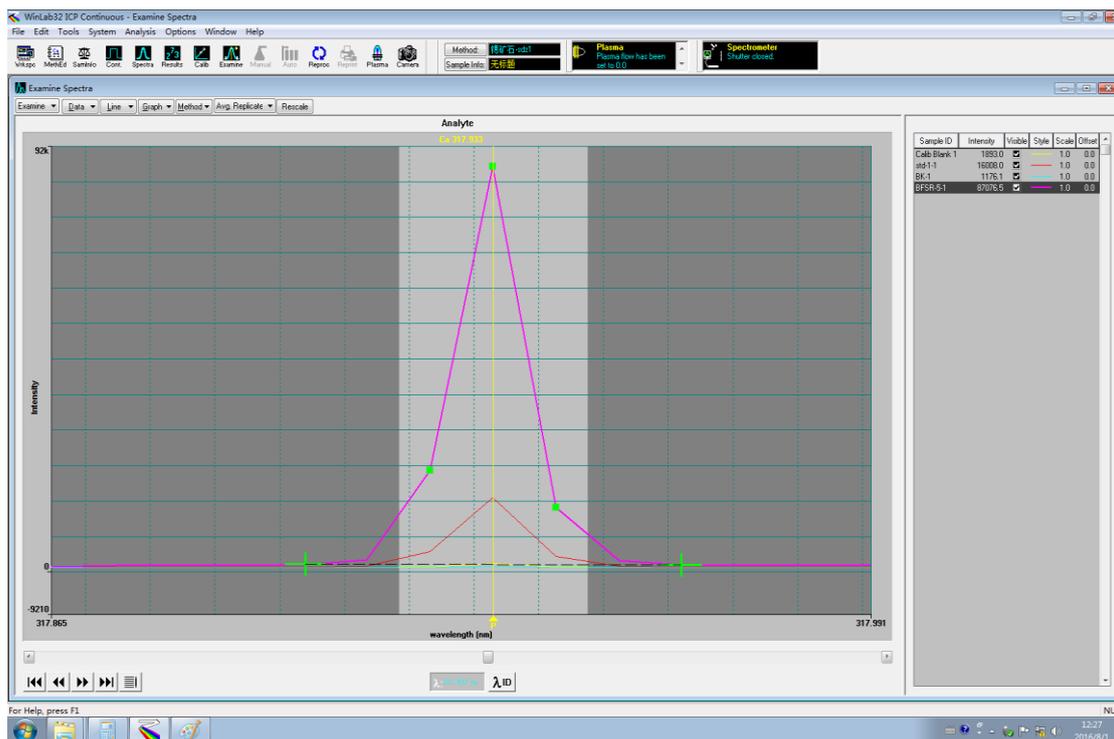


图 6、Ca 317.933nm 测量谱图

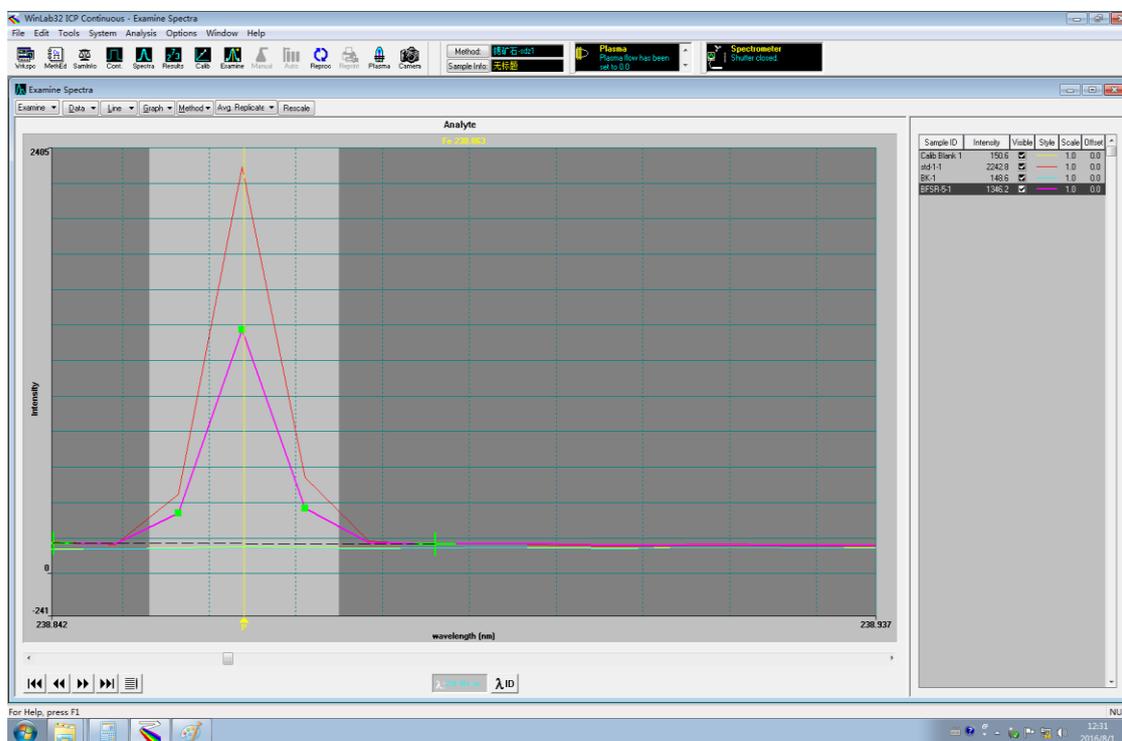


图 7、Fe 238.863nm 测量谱图

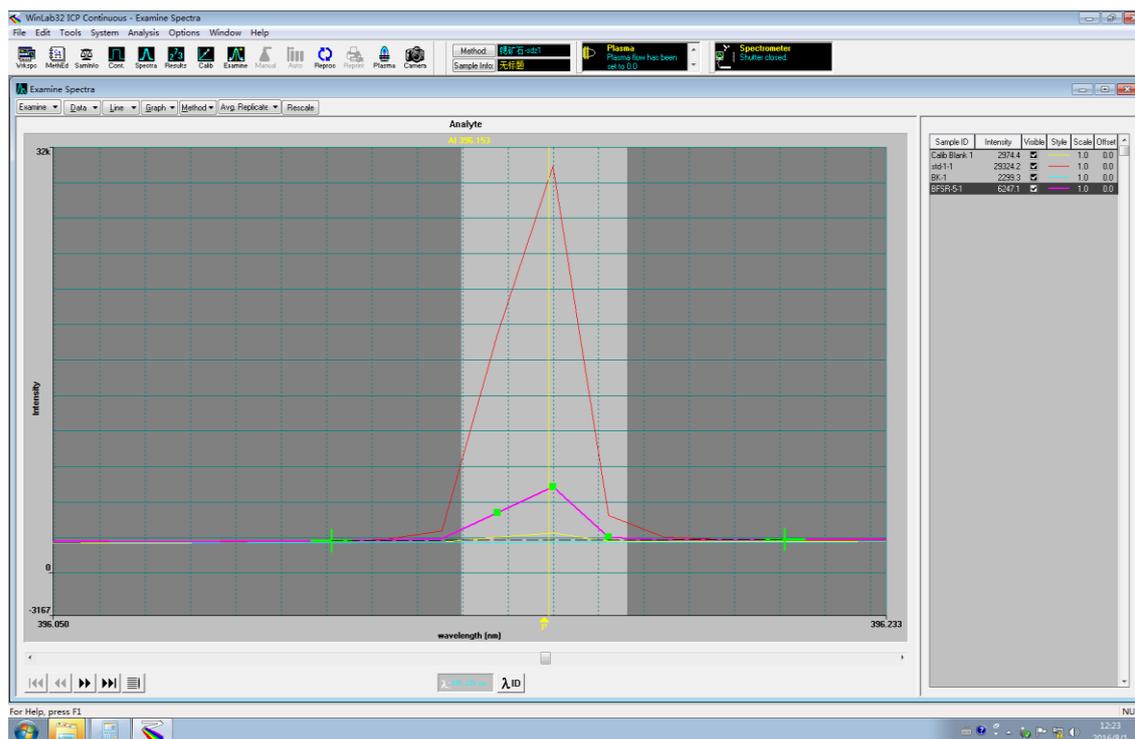


图 8、Al 396.153nm 测量谱图

本方法进行了锶矿石含量较高的锶、钡、铁、铝、钙、镁元素对其它元素的干扰校正。仪器标准化后，依次分别喷入锶、钡、铁、铝、钙、镁 100 $\mu\text{g/ml}$ 的单元素标准溶液（因为样品溶液被测元素浓度均低于此浓度），并分别观察在其它各通道上的信号。实验结果：锶、钡、铁、铝、钙、镁在其他元素选定的分析谱线上无明显的干扰。100 $\mu\text{g/mL Sr}$ 的干扰见表 10。

表 10 Sr 对其他测定元素的干扰

单位为 $\mu\text{g/g}$

元素	Al	Ba	Ba	Ca	Fe	Mg	Sr	Sr
波长 (nm)	396.153	233.527	455.403	317.933	238.204	285.213	232.235	460.733
测定浓度	0.039	0.055	0.057	0.085	0.004	0.004	101.1	100.9

从上表中可以看出，成矿主元素锶对其他测定元素的不存在明显的干扰。由于光谱的测量元素均有多条谱线，尽量选择被测元素被主

元素干扰小的线。如果实在避开不了的干扰，对于 PE 公司的光谱仪 PerkinElmer Optima 8000 可采用多谱拟合(MSF)和元素间校正(IEC)的方式建立校正数学模型扣除干扰。其他公司的光谱仪也有其各自的干扰校正方式。

五、介质酸度的选择

用无水碳酸钠-草酸-硝酸钾混合熔剂熔融分解，使硫酸锶转化为碳酸锶，过滤与硫酸根分离。碳酸盐沉淀经盐酸溶解后用王水稀释，电感耦合等离子体发射光谱仪测定锶、钡、钙、镁、铁、铝。在浓度(质量分数)10%~40%的王水介质范围测量，对被测元素的发射强度及信背比影响并不明显，但考虑到酸度过小不利于试样的提取和保存，酸度过大会造成试剂浪费并对仪器有腐蚀作用，我们选用 10%王水溶液做为样品的测定介质。

六、标准方法的溯源

地质矿产实验测试主要以标准方法作为日常测试工作的技术依据，以标准物质作为实物标准用于质量监控和方法确认、仪器校准、量值溯源及结果验证。权威方法(Definitive Method)是能直接追溯到国际基本单位或基本常数，有坚实的理论基础和严格的数学表达的方法。它的精密度、准确度、测量范围和稳定性已经过严谨地研究与验证，具有最高水平。目前国际公认的化学测量权威方法有精密库仑法、同位素稀释质谱法、重量法、容量法、凝固点下降法等。

由此可以用重量法、容量法等权威方法和其他标准方法同样可以进行量值溯源，通过多家实验值用权威方法、现有锶矿石标准方法和所研制的等离子光谱标准方法分析结果比较验证锶矿石标准方法，并采用有证标准溶液添加回收法，来保证标准方法协作实验数据统计参数的正确度和标准物质成分分析的定值分析结果的准确度。

分别称取不同含量的锶矿石样品两份（每份 0.02g），按所研制的标准方法进行处理，同一待测样品平行测定 6 次，并对样品进行加标回收试验，其相对标准偏差小于 3.3%，加标回收率在 97.1%~103.2% 之间，结果见表 11。

表 11 标准方法回收率及精密度试验结果

样号	元素	样品量 (μg)	加入量 (μg)	测量总量 (μg)	RSD (%)	回收率 (%)
非 46	Sr	3937	4000	7802	0.7	98.3
	Ba	25.1	30	56.6	3.3	102.7
	Ca	2183	2000	4124	0.5	98.6
	Mg	542.7	500	1036	0.6	99.4
	Fe	215.4	200	405.0	3.3	97.5
	Al	1433	1500	3027	0.8	103.2
非 47	Sr	4470	5000	9195	0.5	97.1
	Ba	521.3	500	1010	1.7	98.9
	Ca	1658	1500	3139	0.9	99.4
	Mg	786.3	1000	1815	0.5	101.6
	Fe	138.5	150	285.6	3.1	99.0
	Al	836.2	1000	1882	0.8	102.5

使用下列原化工部行标中的经典化学法和本标准方法结果比对见表 12。

(1) HG/T 2958.1-1997 天青石矿石中锶和钙含量的测定 EDTA 容量法；

(2) HG/T 2958.2-1997 天青石矿石中钡含量的测定 铬酸钡容量；

(3) HG/T 2958.4-1997 天青石矿石中钙和镁含量的测定 原子吸收光谱法；

(4) HG/T 2958.7-1997 天青石矿石中铁含量的测定 磺基水杨酸

分光光度法；

(5) HG/T 2958.9-1997 天青石矿石中铝含量的测定 EDTA 容量法。

表 12 所研制标准方法与原化工部行标经典方法结果比对

单位为%

标物编号	元素	认定值	本标准法测定均值*	经典法测定均值*	本标准方法相对误差 (RE)	经典方法相对误差 (RE)	相对误差允许限 (Y _B)
GBW(E) 070200	Sr	33.55	33.57	33.46	0.06	-0.3	1.1
	Ba	2.86	2.91	2.78	1.8	-2.8	3.5
	CaO	1.31	1.34	1.28	2.2	-2.2	4.4
	MgO	0.39	0.412	0.370	5.6	-5.1	6.0
	Fe ₂ O ₃	2.73	2.68	2.75	-1.8	0.73	3.5
	Al ₂ O ₃	3.21	3.22	3.34	0.31	0.93	3.3
GBW 07396	Sr	24.71	24.59	24.85	-0.5	0.6	1.4
	Ba	0.18	0.185	—	2.8	—	7.2
	CaO	10.63	10.50	10.45	-1.2	-1.7	2.1
	MgO	6.49	6.56	6.43	1.1	-0.9	2.6
	Fe ₂ O ₃	2.15	2.08	2.15	-3.3	0	3.8
	Al ₂ O ₃	1.74	1.78	1.63	2.3	-6.3	4.1

注*：3次样品测定结果均值

结论：从上表可以看出，所研制的标准方法测定协作样品的准确度控制指标《地质矿产实验室测试质量管理规范》DZ/T 0130-2006 的允许限内。经典方法有的准确度超差，可能是因为方法掌握的不够熟练。但所研制的方法和经典方法相比结果基本一致。

第六节 分析方法质量参数的确定（方法室内精密度确定和准确度协作试验）

一、方法精密度协作试验样品的选择和制备

根据 GB/T6379.1-2004 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第一部分：总则与定义，用于方法准确度试验的物料必须满足代表性、均匀性和较大的水平变化范围。而本项目组于 2013 年至 2015 年承担的中国地质调查局地质调查项目《制定锶矿石成分分析标准物质和标准方法》，采用标准方法和标物定值同时开展的创新方式，而辽宁省地质矿产研究院也同时研制了四个锶矿石标准物质。目前以上八个锶矿石标准物质中的五个于 2018 年 8 月通过了国家一级标物终审，其余三个通过了二级标物终审。由于锶矿石候选物定值采用 10 家实验室联合定值的方式，由各实验室选定不同的方法进行分析，多种分析方法的结果相互验证，保证结果的准确可靠，认为标准物质认定值可以做为方法精密度协作试验样品的可接受参照值 μ 。

锶矿石标物候选物制备采用无污染球磨粉碎技术，研细至候选物通过 0.074mm 筛的过筛率达到 99.9%。采用混合溶剂（碳酸钠，硝酸钾和草酸）碱熔、偏硼酸锂碱熔，封闭酸溶的方式消解候选物，应用重量法、电感耦合等离子体光谱法（ICP-AES）和电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）等化学和仪器分析方法进行了均匀性检验，均匀性检验测试指标包括 Ba、Cr、Cu、Mn、Nd、Ni、Pb、Sr、Y、Zn、SiO₂、Al₂O₃、Fe₂O₃、MgO、CaO、Na₂O、K₂O、SO₃、P₂O₅、TiO₂、Ce、Dy、Er、Gd、Ho、La、Li、Lu、Mo、Pr、Sc、Tb、Tm、Yb 共 34 项成分，包括了本标准方法准确度试验涉及在内的 Sr、Ba、Ca、Mg、Fe、Al 这 6 个元素，检验结果见《锶矿石成分分析标准物质研制报告》相关部分。经单因素方差分析，结果表明标物候选物的均匀

性良好，满足方法准确度试验的物料的需求。在 12 个月的时间内，用和均匀性检验同样的方法对候选物中包括标准方法准确度试验的 6 成分在内和均匀性检验同样的 34 项成分进行了 4 次稳定性检验（检验结果见《锶矿石成分分析标准物质研制报告》相关部分），经线性检验，候选物的稳定性良好。方法精密度试验样品编号见表 13，验证样品各元素的标物认定值见表 14，保证所测元素特别是成矿主成分锶尽力覆盖涵盖较大的水平范围，并兼顾其它成分，但由于是多元素分析，难免有顾此失彼的情况。

表 13 精密度协作试验样品编号表

序号	外发编号	标准物质编号	样品名称
1	BFSR-1	GBW07392	天青石
2	BFSR-2	GBW07393	天青石
3	BFSR-3	GBW07394	天青石
4	BFSR-4	GBW(E)070200	天青石
5	BFSR-5	GBW07396	天青石+菱锶矿

表 14 精密度协作试验样品各成分的认定值

单位为 %

元素	GBW 07392	GBW 07393	GBW 07394	GBW(E) 070200	GBW 07396
Sr	12.21	19.17	39.49	33.55	24.71
Ba	1.18	1.87	3.32	2.86	0.18
Ca	0.19	0.14	1.11	0.94	7.60
Mg	0.089	0.061	0.27	0.24	3.91
Fe	5.08	4.36	1.00	1.91	1.50
Al	7.27	4.28	0.12	1.70	0.921

二、实验室内分析方法精密度准确度验证试验

首先对上述 4 个精密度协作试验样品进行了实验室内精密度,即用本方法对 4 个精密度协作试样进行 12 次重复测定,检验方法的精密度与准确度,验证结果见表 15~表 20。

表 15 Sr 实验室内精密度准确度试验结果

试验样品	认定值	本法 12 次测定值 (%)	平均值	s	RSD/%
GBW 07392	12.16	11.94, 11.84, 11.79, 11.73, 11.78, 11.82, 11.8, 11.78, 12.24, 11.75, 11.81, 11.77	11.84	0.13	1.11
GBW 07393	19.04	19.03, 18.93, 19, 18.97, 18.89, 18.86, 18.94, 18.87, 18.86, 18.74, 18.74, 18.77	18.88	0.09	0.49
GBW 07394	39.48	38.97, 38.86, 39.15, 39.34, 39.26, 39.56, 39.4, 39.08, 39.26, 39.12, 39.09, 39.04	39.18	0.19	0.48
GBW(E) 070200	33.47	33.03, 33.23, 33.01, 32.75, 33.14, 32.98, 33.16, 33.18, 32.94, 32.88, 33.15, 33.12	33.05	0.14	0.41

表 16 Ba 实验室内精密度准确度试验结果

试验样品	认定值	本法 12 次测定值 (%)	平均值	s	RSD/%
GBW 07392	1.17	1.11, 1.17, 1.05, 1.11, 1.13, 1.13, 1.12, 1.09, 1.08, 1.13, 1.11, 1.13	1.11	0.03	2.48
GBW 07393	1.86	1.86, 1.78, 1.78, 1.78, 1.80, 1.76, 1.76, 1.76, 1.81, 1.76, 1.79, 1.82	1.79	0.04	1.64
GBW 07394	3.35	3.21, 3.23, 3.17, 3.18, 3.20, 3.19, 3.21, 3.15, 3.22, 3.17, 3.25, 3.22	3.20	0.03	0.88
GBW(E) 070200	2.84	2.79, 2.81, 2.78, 2.76, 2.80, 2.77, 2.74, 2.74, 2.76, 2.77, 2.77, 2.85	2.78	0.03	1.09

表 17 CaO 实验室内精密度准确度试验结果

试验样品	认定值	本法 12 次测定值 (%)	平均值	s	RSD/%
GBW 07392	0.277	0.231, 0.275, 0.243, 0.270, 0.245, 0.257, 0.269, 0.267, 0.252, 0.249, 0.260, 0.253	0.256	0.012	4.80
GBW 07393	0.195	0.174, 0.180, 0.178, 0.182, 0.183, 0.191, 0.159, 0.184, 0.186, 0.184, 0.183, 0.183	0.181	0.008	4.31
GBW 07394	1.60	1.65, 1.66, 1.67, 1.70, 1.69, 1.70, 1.68, 1.77, 1.73, 1.75, 1.70, 1.67	1.70	0.03	2.02
GBW(E) 070200	1.35	1.35, 1.36, 1.35, 1.35, 1.38, 1.32, 1.37, 1.36, 1.32, 1.37, 1.35, 1.36	1.35	0.02	1.37

表 18 MgO 实验室内精密度准确度试验结果

试验样品	认定值	本法 12 次测定值 (%)	平均值	s	RSD/%
GBW 07392	0.143	0.115, 0.132, 0.154, 0.137, 0.140, 0.138, 0.137, 0.146, 0.140, 0.155, 0.137, 0.129	0.138	0.103	7.44
GBW 07393	0.100	0.096, 0.086, 0.097, 0.108, 0.095, 0.116, 0.094, 0.099, 0.094, 0.090, 0.098, 0.100	0.096	0.009	9.08
GBW 07394	0.460	0.472, 0.473, 0.453, 0.470, 0.449, 0.431, 0.453, 0.433, 0.472, 0.442, 0.461, 0.436	0.454	0.015	3.37
GBW(E) 070200	0.388	0.394, 0.353, 0.381, 0.396, 0.390, 0.358, 0.396, 0.385, 0.389, 0.399, 0.368, 0.382	0.383	0.015	3.87

表 19 Fe₂O₃ 实验室内精密度准确度试验结果

试验样品	认定值	本法 12 次测定值 (%)	平均值	s	RSD/%
GBW 07392	7.29	7.53, 7.50, 7.36, 7.42, 7.58, 7.50, 7.51, 7.44, 7.32, 7.44, 7.39, 7.53	7.46	0.07	0.99
GBW 07393	6.23	6.32, 6.33, 6.46, 6.36, 6.41, 6.35, 6.36, 6.41, 6.44, 6.39, 6.31, 6.37	6.38	0.05	0.72
GBW 07394	1.45	1.41, 1.40, 1.38, 1.34, 1.44, 1.42, 1.41, 1.41, 1.34, 1.45, 1.38, 1.39	1.40	0.03	2.36
GBW(E) 070200	2.76	2.84, 2.78, 2.87, 2.87, 2.77, 2.85, 2.84, 2.91, 2.78, 2.82, 2.85, 2.89	2.84	0.04	1.52

表 20 Al₂O₃ 实验室内精密度准确度试验结果

试验样品	认定值	本法 12 次测定值 (%)	平均值	s	RSD/%
GBW 07392	13.76	13.61, 13.62, 13.94, 13.91, 13.81, 13.98, 14.04, 13.87, 13.98, 13.88, 13.72, 13.77	13.85	0.14	0.98
GBW 07393	8.17	7.80, 8.05, 8.02, 7.85, 7.85, 8.06, 8.07, 8.06, 7.91, 8.01, 7.90, 7.94	7.96	0.09	1.16
GBW 07394	0.224	0.215, 0.207, 0.202, 0.206, 0.209, 0.220, 0.230, 0.221, 0.233, 0.238, 0.224, 0.234	0.220	0.012	5.34
GBW(E) 070200	3.24	2.94, 2.96, 2.99, 3.00, 3.04, 3.01, 2.90, 2.99, 3.06, 2.87, 2.95, 2.99	2.97	0.05	1.73

验证结果表明，在规定检测范围内，方法的精密度和准确度满足要求。

三、方法准确度（正确度和精密度）试验的组织与实施

按照 GB/T 6379.1-2004 的要求，邀请了 10 实验室参加方法准确度协作试验，5 个精密度协作试验样品发放到 10 家实验室（实验室代码和名称见表 21），每个实验室的实验人员依据提供的分析方法（草案），按照 GB/T 6379.2-2004 的要求对所接受的精密试验样品要求测试的元素提供 4 个独立分析数据，给每个参加试验的实验室只提供所测定成分的含量范围。

表 21 方法精密度协作试验协作实验室

代码	单位名称
01	辽宁省地质矿产研究院（原国土资源部沈阳矿产资源监督检测中心）
02	青海省地质矿产测试应用中心（原国土资源部西宁矿产资源监督检测中心）
03	中核集团核工业北京地质研究院
04	黑龙江省地质矿产测试应用研究所（原国土资源部哈尔滨矿产资源监督监测中心）
05	陕西省地质矿产实验研究所（原国土资源部西安矿产资源监督检测中心）
06	江苏省地质调查研究院测试研究所（原国土资源部南京矿产资源监督

代码	单位名称
	检测中心)
07	中国地质科学院地球物理地球化学勘查研究所(原国土资源部地球化学勘查监督检测中心)
08	湖北省地质实验研究所(原国土资源部武汉矿产资源监督检测中心)
09	安徽地质实验研究所(原国土资源部合肥矿产资源监督检测中心)
10	国家地质实验测试中心

四、方法精密度协作试验数据统计分析

将检测数据汇总,按 GB/T 6379.2-2004 统计分析计算方法的重复性限与再现性限及偏倚,各元素分析准确度协作试验数据汇总统计分析见表 22~表 33。

表 22 Sr 准确度协作试验数据汇总表

单位为%

标物 编号	GBW 07392	GBW 07393	GBW 07394	GBW(E) 070200	GBW 07396
认定值	12.21	19.17	39.49	33.55	24.71
代码	水 平				
01	12.30	19.10	39.50	33.80	24.90
	12.40	18.60	39.70	33.70	25.10
	12.40	18.80	39.10	33.50	25.80
	12.10	18.90	39.30	33.30	25.40
02	12.05	19.25	39.27	33.52	24.86
	11.95	19.37	39.42	33.69	24.90
	12.01	19.20	39.25	33.55	25.01
	12.02	19.38	39.40	33.65	24.99
03	12.60	19.70	41.70	33.50	25.20
	12.40	19.80	41.50	34.00	25.10
	12.40	19.80	41.00	34.40	25.00
	12.50	19.60	40.90	33.50	25.50
04	12.33	19.12	39.68	33.45	25.37
	12.12	19.25	39.26	33.65	25.19
	12.27	18.96	39.86	33.21	24.96
	12.06	19.06	39.35	33.53	25.52
05	11.98	18.98	39.78	33.37	24.90
	11.89	18.89	39.87	33.40	24.89
	12.00	18.88	39.66	33.45	24.88
	11.88	18.90	39.71	33.40	24.85
06	12.03	18.69	40.07	33.57	24.65
	12.05	18.66	39.75	33.26	24.69
	11.88	18.79	39.01	33.82	24.61
	12.02	18.58	38.90	33.85	24.77
07	12.09	19.44	42.40	36.05*	27.51*
	11.80	19.78	42.11	35.76*	27.17*
	12.07	19.36	42.26	36.08*	27.38*
	12.10	18.94	43.22	37.91*	27.43*
08	12.27	19.84	40.32	34.27	24.94
	12.37	19.52	39.97	33.90	24.56

单位为%

标物 编号	GBW 07392	GBW 07393	GBW 07394	GBW(E) 070200	GBW 07396
认定值	12.21	19.17	39.49	33.55	24.71
代码	水 平				
	12.25	18.98	38.89	33.08*	24.99
	12.40	19.14	39.57	33.87	24.58
09	11.62	18.28	39.63	32.88	24.41
	11.81	17.85	39.6	32.81	24.67
	11.87	18.05	39.4	32.93	24.71
	11.99	17.92	39.42	32.86	24.7
10	11.65	18.42	39.18	33.03	24.29
	11.81	18.57	39.18	33.23	24.58
	11.75	18.54	39.12	33.01	24.84
	11.68	18.57	39.69	32.75	24.44

注：“*”为离群值结果，不参与统计计算。

表 23 Sr 准确度协作试验数据统计表

样品/水平	GBW 07392	GBW 07393	GBW 07394	GBW(E) 070200	GBW 07396
重复测定次数 (n)	4	4	4	4	4
参加实验室数 (P)	10	10	10	10	10
可接受实验室数 (p)	10	10	10	9	9
总平均值 (\bar{y}) /%	12.08	18.99	39.97	33.46	24.91
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
$\gamma = S_R / S_r$	2.41	2.64	3.02	1.51	1.62
A	0.63	0.63	0.63	0.65	0.65
认定值 (μ) /%	12.21	19.17	39.49	33.55	24.71
测量方法偏倚 (δ) /%	-0.13	-0.18	0.48	-0.09	0.20
置信区间 ($\delta - AS_R$) /%	-0.29	-0.52	-0.21	-0.35	-0.02
置信区间 ($\delta + AS_R$) /%	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

表 24 Ba 准确度协作试验数据汇总表

单位为%

标物 编号	GBW 07392	GBW 07393	GBW 07394	GBW(E) 070200	GBW 07396
认定值	1.17	1.86	3.35	2.84	0.180
代码	水 平				
01	1.23	1.85	3.46	2.97	0.168
	1.18	1.86	3.62	2.76	0.157
	1.09	1.82	3.35	2.86	0.151
	1.14	1.92	3.25	2.88	0.180
02	1.20	1.96	3.42	2.95	0.180
	1.17	1.94	3.40	2.93	0.180
	1.14	1.88	3.38	2.83	0.180
	1.17	1.91	3.35	2.87	0.180
03	1.25	1.96	3.39	2.83	0.181
	1.25	1.98	3.37	2.92	0.183
	1.24	1.98	3.29	2.95	0.179
	1.24	1.96	3.34	2.87	0.184
04	1.16	1.91	3.45	2.85	0.170
	1.12	1.83	3.40	2.88	0.176
	1.21	1.90	3.36	2.91	0.180
	1.11	1.99	3.45	2.73	0.170
05	1.19	1.67	3.31	2.81	0.185
	1.19	1.87	3.29	2.81	0.191
	1.19	1.71	3.34	2.83	0.190
	1.20	1.81	3.27	2.83	0.185
06	1.08	1.68	3.23	2.81	0.160
	1.07	1.68	3.24	2.80	0.160
	1.06	1.68	3.30	2.80	0.160
	1.07	1.66	3.22	2.87	0.160
07	1.01	1.56	2.76	2.42	0.166
	0.99	1.58	2.78	2.40	0.165
	0.99	1.55	2.72	2.44	0.173
	1.00	1.53	2.77	2.54	0.161
08	1.18	1.91	3.31	2.82	0.190
	1.19	1.90	3.31	2.82	0.190

单位为%

标物 编号	GBW 07392	GBW 07393	GBW 07394	GBW(E) 070200	GBW 07396
认定值	1.17	1.86	3.35	2.84	0.180
代码	水 平				
	1.19	1.88	3.28	2.79	0.190
	1.18	1.87	3.30	2.84	0.190
09	1.28	2.06	3.74	3.11	0.187
	1.33	2.06	3.69	3.14	0.185
	1.28	2.12	3.73	3.16	0.184
	1.30	1.96	3.66	3.11	0.179
10	1.09	1.76	3.21	2.80	0.179
	1.08	1.78	3.20	2.84	0.195
	1.13	1.78	3.24	2.83	0.206
	1.11	1.78	3.15	2.82	0.179

注：“*”为离群值结果，不参与统计计算。

表 25 Ba 准确度协作试验数据统计表

样品/水平	GBW 07392	GBW 07393	GBW 07394	GBW(E) 070200	GBW 07396
重复测定次数 (n)	4	4	4	4	4
参加实验室数 (P)	10	10	10	10	10
可接受实验室数 (p)	10	10	10	10	10
总平均值 (\bar{y}) /%	1.16	1.84	3.31	2.84	0.178
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
再现性限 (R) /%	0.25	0.43	0.69	0.48	0.035
$\gamma = S_R / S_r$	3.24	3.31	4.07	3.35	1.93
A	0.63	0.63	0.62	0.63	0.64
认定值 (μ) /%	1.18	1.87	3.32	2.86	0.18
测量方法偏倚 (δ) /%	-0.02	-0.03	-0.01	-0.02	-0.002
置信区间 ($\delta - AS_R$) /%	-0.08	-0.13	-0.16	-0.13	-0.010
置信区间 ($\delta + AS_R$) /%	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

表 26 Ca 准确度协作试验数据汇总表

单位为%

标物 编号	GBW 07392	GBW 07393	GBW 07394	GBW(E) 070200	GBW 07396
认定值	0.19	0.14	1.11	0.94	7.60
代码	水 平				
01	0.238	0.169	1.22	0.938	7.61
	0.238	0.164	1.13	0.956	7.85
	0.242	0.166	1.10	0.890	7.78
	0.229	0.175	1.08	0.919	7.67
02	0.214	0.157	1.11	0.893	7.50
	0.214	0.150	1.02	0.836	7.25
	0.207	0.164	1.08	0.871	7.58
	0.207	0.157	1.10	0.914	7.16
03	0.179	0.122	1.14	0.879	7.58
	0.177	0.125	1.16	0.879	7.65
	0.177	0.124	1.13	0.893	7.50
	0.176	0.126	1.09	0.872	7.72
04	0.229	0.178	1.16	0.965	7.90
	0.222	0.167	1.18	0.993	7.97
	0.222	0.174	1.11	0.936	8.03
	0.219	0.165	1.14	1.01	8.05
05	0.212	0.157	1.14	0.908	7.54
	0.215	0.172	1.12	1.029	7.70
	0.218	0.161	1.14	0.915	7.59
	0.222	0.161	1.08	0.965	7.56
06	0.243	0.200	1.21	0.901	7.83
	0.243	0.186	1.16	0.901	7.83
	0.243	0.200	1.01	0.958	7.76
	0.279	0.229	1.06	0.993	7.82
07	0.296	0.311*	1.22	1.03	8.93
	0.266	0.232	1.27	1.02	8.35
	0.276	0.213	1.20	1.06	8.46
	0.282	0.219	1.25	1.09	8.58
08	0.400	0.314	1.34	1.13	8.29
	0.386	0.307	1.38	1.13	8.20

单位为%

标物 编号	GBW 07392	GBW 07393	GBW 07394	GBW(E) 070200	GBW 07396
认定值	0.19	0.14	1.11	0.94	7.60
代码	水 平				
	0.364	0.300	1.37	1.14	8.22
	0.372	0.286	1.35	1.14	8.18
09	0.361	0.364	1.40	1.09	7.78
	0.340	0.350	1.35	1.11	7.95
	0.346	0.340	1.45	1.09	7.85
	0.362	0.354	1.42	1.12	7.84
10	0.165	0.124	1.18	0.967	7.67
	0.196	0.129	1.19	0.972	7.91
	0.174	0.127	1.20	0.962	7.63
	0.193	0.130	1.21	0.966	7.92

注：“*”为离群值结果，不参与统计计算。

表 27 Ca 准确度协作试验数据统计表

样品/水平	GBW 07392	GBW 07393	GBW 07394	GBW(E) 070200	GBW 07396
重复测定次数 (n)	4	4	4	4	4
参加实验室数 (P)	10	10	10	10	10
可接受实验室数 (p)	10	10	10	10	10
总平均值 (\bar{y}) /%	0.251	0.198	1.19	0.981	7.85
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
$\gamma = S_R / S_r$	6.39	8.46	2.64	2.98	2.81
A	0.62	0.62	0.63	0.63	0.63
认定值 (μ) /%	0.19	0.14	1.11	0.94	7.60
测量方法偏倚 (δ) /%	0.061	0.058	0.081	0.041	0.255
置信区间 ($\delta - AS_R$) /%	0.018	0.011	0.007	-0.017	0.028
置信区间 ($\delta + AS_R$) /%	0.104	0.105	0.155	0.099	0.482
相对误差 (RE) /%	32	41	7.3	4.4	3.4

表 28 Mg 准确度协作试验数据汇总表

单位为%

标物 编号	GBW 07392	GBW 07393	GBW 07394	GBW(E) 070200	GBW 07396
认定值	0.089	0.061	0.27	0.24	3.91
代码	水 平				
01	0.089	0.057	0.288	0.229	3.95
	0.092	0.054	0.287	0.222	3.87
	0.076	0.053	0.280	0.238	3.82
	0.097	0.056	0.258	0.227	3.99
02	0.084	0.060	0.265	0.223	3.68
	0.072	0.054	0.241	0.199	3.78
	0.086	0.057	0.269	0.224	3.65
	0.081	0.054	0.264	0.226	3.73
03	0.083	0.056	0.279	0.220	4.05
	0.084	0.055	0.279	0.223	4.05
	0.083	0.056	0.267	0.226	4.02
	0.083	0.056	0.269	0.221	4.08
04	0.092	0.060	0.283	0.236	4.08
	0.093	0.066	0.280	0.236	4.02
	0.087	0.066	0.279	0.230	4.17
	0.094	0.066	0.277	0.231	4.12
05	0.087	0.065	0.270	0.231	3.56
	0.087	0.062	0.270	0.227	3.66
	0.080	0.060	0.276	0.215	3.65
	0.087	0.061	0.274	0.221	3.69
06	0.096	0.066	0.271	0.241	3.99
	0.096	0.072	0.289	0.229	3.95
	0.103	0.078	0.289	0.223	3.97
	0.090	0.066	0.277	0.241	3.91
07	0.137	0.106	0.266	0.239	4.27
	0.118	0.106	0.247	0.225	4.20
	0.175*	0.112	0.255	0.210	4.18
	0.141	0.096	0.265	0.205	4.24
08	0.082	0.053	0.281	0.232	4.06
	0.072	0.054	0.277	0.230	4.02

单位为%

标物 编号	GBW 07392	GBW 07393	GBW 07394	GBW(E) 070200	GBW 07396
认定值	0.089	0.061	0.27	0.24	3.91
代码	水 平				
	0.080	0.063	0.279	0.231	3.89
	0.083	0.052	0.289	0.240	3.87
09	0.118	0.086	0.267	0.252	4.08
	0.110	0.086	0.263	0.254	4.06
	0.102	0.084	0.260	0.259	4.13
	0.111	0.080	0.270	0.263	4.11
10	0.081	0.057	0.273	0.232	3.85
	0.079	0.060	0.267	0.231	3.87
	0.079	0.061	0.273	0.230	3.83
	0.083	0.058	0.278	0.227	3.96

注：“*”为离群值结果，不参与统计计算。

表 29 Mg 准确度协作试验数据统计表

样品/水平	GBW 07392	GBW 07393	GBW 07394	GBW(E) 070200	GBW 07396
重复测定次数 (n)	4	4	4	4	4
参加实验室数 (P)	10	10	10	10	10
可接受实验室数 (p)	10	10	10	10	10
总平均值 (\bar{y}) /%	0.092	0.067	0.272	0.230	3.95
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
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
$\gamma = S_R / S_r$	2.75	4.42	1.38	1.64	3.24
A	0.63	0.62	0.66	0.65	0.63
认定值 (μ) /%	0.089	0.061	0.27	0.24	3.91
测量方法偏倚 (δ) /%	0.003	0.006	0.002	-0.01	0.04
置信区间 ($\delta - AS_R$) /%	-0.008	-0.005	-0.005	-0.019	-0.08
置信区间 ($\delta + AS_R$) /%	0.013	0.016	0.01	-0.002	0.16
相对误差 (RE) /%	3.4	10	0.7	-4.3	1.1

表 30 Fe 准确度协作试验数据汇总表

单位为%

标物 编号	GBW 07392	GBW 07393	GBW 07394	GBW(E) 070200	GBW 07396
认定值	5.08	4.36	1.00	1.91	1.50
代码	水 平				
01	4.99	4.33	1.01	1.89	1.46
	5.03	4.52	1.06	1.94	1.55
	5.09	4.31	1.08	1.92	1.47
	5.09	4.49	1.04	1.99	1.50
02	5.28	4.58	1.01	1.85	1.40
	5.32	4.62	1.04	1.85	1.43
	5.24	4.56	0.993	1.87	1.47
	5.28	4.59	1.00	1.82	1.45
03	5.25	4.41	1.06	1.87	1.45
	5.32	4.46	1.04	1.92	1.50
	5.18	4.48	1.01	1.91	1.48
	5.17	4.44	1.01	1.90	1.52
04	5.14	4.36	1.01	2.00	1.50
	5.04	4.33	1.02	1.92	1.59
	5.18	4.44	1.04	1.97	1.52
	5.12	4.35	0.993	1.94	1.59
05	5.22	4.58	1.06	1.94	1.50
	5.23	4.46	1.08	1.90	1.58
	5.22	4.43	1.08	1.98	1.55
	5.29	4.50	1.06	1.93	1.59
06	5.08	4.39	0.97	1.85	1.48
	5.04	4.33	0.99	1.83	1.48
	5.25	4.23	1.00	1.89	1.48
	5.06	4.43	0.979	1.85	1.48
07	4.81	4.02	0.847	1.68*	1.41
	4.62	4.08	0.885	1.80	1.39
	4.81	4.02	0.960*	1.82	1.53
	4.84	4.04	0.871	1.82	1.42
08	4.97	4.27	0.993	1.92	1.48
	4.95	4.37	1.08	1.81	1.49

单位为%

标物 编号	GBW 07392	GBW 07393	GBW 07394	GBW(E) 070200	GBW 07396
认定值	5.08	4.36	1.00	1.91	1.50
代码	水 平				
	4.96	4.15	1.00	1.83	1.44
	4.86	4.08*	1.01	1.83	1.43
09	4.91	4.37	1.00	1.87	1.52
	4.94	4.42	0.992	1.90	1.50
	5.01	4.34	1.01	1.89	1.53
	5.01	4.33	0.976	1.84	1.51
10	5.20	4.54	0.938	1.99	1.47
	5.12	4.52	0.929	2.01	1.50
	5.20	4.50	0.964	2.01	1.48
	5.17	4.48	0.940	2.01	1.49

注：“*”为离群值结果，不参与统计计算。

表 31 Fe 准确度协作试验数据统计表

样品/水平	GBW 07392	GBW 07393	GBW 07394	GBW(E) 070200	GBW 07396
重复测定次数 (n)	4	4	4	4	4
参加实验室数 (P)	10	10	10	10	10
可接受实验室数 (p)	10	10	10	10	10
总平均值 (\bar{y}) /%	5.09	4.39	1.00	1.90	1.49
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
$\gamma = S_R / S_r$	2.70	2.57	2.55	2.13	1.45
A	0.63	0.63	0.63	0.64	0.66
认定值 (μ) /%	5.08	4.36	1.00	1.91	1.50
测量方法偏倚 (δ) /%	0.007	0.026	0.002	-0.011	-0.01
置信区间 ($\delta - AS_R$) /%	-0.099	-0.076	-0.034	-0.052	-0.043
置信区间 ($\delta + AS_R$) /%	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

表 32 A1 准确度协作试验数据汇总表

单位为%

标物 编号	GBW 07392	GBW 07393	GBW 07394	GBW(E) 070200	GBW 07396
认定值	7.27	4.28	0.12	1.70	0.921
代码	水 平				
01	7.33	4.37	0.111	1.70	0.833
	7.23	4.43	0.095	1.77	0.789
	7.18	4.39	0.106	1.72	0.815
	6.98	4.42	0.116	1.69	0.757
02	7.30	4.37	0.106	1.71	0.826
	7.28	4.33	0.111	1.74	0.863
	7.33	4.36	0.106	1.74	0.820
	7.35	4.34	0.106	1.76	0.847
03	7.62	4.46	0.117	1.69	0.916
	7.52	4.46	0.115	1.77	0.921
	7.52	4.49	0.113	1.77	0.905
	7.57	4.41	0.112	1.75	0.926
04	7.16	4.24	0.106	1.70	0.725
	7.22	4.29	0.104	1.67	0.699
	7.02	4.21	0.109	1.72	0.752
	7.06	4.30	0.099	1.62	0.714
05	7.35	4.31	0.124	1.75	0.963
	7.36	4.30	0.114	1.75	0.931
	7.31	4.36	0.127	1.67	0.910
	7.32	4.26	0.117	1.70	0.926
06	7.10	4.29	0.111	1.68	0.773
	7.17	4.29	0.111	1.72	0.746
	7.07	4.18	0.106	1.77	0.773
	7.10	4.32	0.106	1.71	0.773
07	7.30	4.24	0.158	1.53	0.981*
	7.18	4.20	0.152	1.53	0.800
	7.26	4.22	0.138	1.57	0.773
	7.32	4.17	0.135	1.59	0.798
08	6.64	3.79*	0.021*	1.50*	0.826*
	6.59	3.85*	0.090*	1.30*	0.683*

单位为%

标物 编号	GBW 07392	GBW 07393	GBW 07394	GBW(E) 070200	GBW 07396
认定值	7.27	4.28	0.12	1.70	0.921
代码	水 平				
	6.77	3.94*	0.042*	1.43*	0.799*
	6.87	3.56*	0.085*	1.30*	0.656*
09	7.22	4.18	0.141	1.55	0.893
	7.26	4.12	0.160	1.57	0.885
	7.32	4.21	0.171	1.61	0.899
	7.30	4.17	0.151	1.56	0.897
10	7.36	4.27	0.111	1.59	0.758
	7.31	4.27	0.122	1.54	0.771
	7.40	4.37	0.116	1.63	0.699
	7.43	4.18	0.116	1.62	0.723

注：“*”为离群值结果，不参与统计计算。

表 33 A1 准确度协作试验数据统计表

样品/水平	GBW 07392	GBW 07393	GBW 07394	GBW(E) 070200	GBW 07396
重复测定次数 (n)	4	4	4	4	4
参加实验室数 (P)	10	10	10	10	10
可接受实验室数 (p)	10	9	9	9	9
总平均值 (\bar{y}) /%	7.22	4.30	0.120	1.67	0.82
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
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
$\gamma = S_R / S_r$	2.98	2.22	2.71	2.31	3.76
A	0.63	0.64	0.63	0.63	0.63
认定值 (μ) /%	7.27	4.28	0.12	1.70	0.921
测量方法偏倚 (δ) /%	-0.045	0.019	0.000	-0.029	-0.098
置信区间 ($\delta - AS_R$) /%	-0.191	-0.043	-0.012	-0.081	-0.149
置信区间 ($\delta + AS_R$) /%	0.100	0.082	0.012	0.023	-0.048
相对误差 (RE) /%	-0.6	0.4	0.0	-1.7	-10.6

首先，对测试结果进行一致性和离群检验，一致性检验用曼德尔 h 和 k 统计量的度量方法剔除离群值。离群检验用柯克伦 (Cochran) 和格拉布斯 (Grubbs) 检验剔除离群值，保留歧离值。再用检验合格的数据计算重复性方差 (S_r) 和再现性方差 (S_R)，建立精密度值 (重复性限 r 、重复性限 R 和平均水平 m 之间的函数关系式，见表 34。

表 34 混合熔剂半熔-等离子体光谱法测定 6 个元素量的精密度

单位为%

成分	水平范围 m^a	重复性限 r	再现性限 R
Sr	12.08~39.97	$r=0.03 m^{0.9467}$	$R=0.122+0.052 m$
Ba	0.178~3.31	$r=0.0699 m^{0.7673}$	$R=0.204 m^{0.9965}$
Ca	0.198~7.85	$r=0.0885 m^{0.7349}$	$R=0.348 m^{0.4317}$
Mg	0.067~3.95	$r=0.0107+0.0410 m$	$R=0.0297+0.0987 m$
Fe	1.00~5.09	$r=0.0404+0.0291 m$	$R=0.0544+0.0814 m$
Al	0.12~7.22	$r=0.0670 m^{0.5562}$	$R=0.186 m^{0.5301}$

^a 表中 m 为测试结果的总平均值。

第七节 技术经济论证及预期的经济效果

矿产资源是国民经济社会发展的重要物质基础,为切实提高我国矿产资源保障能力,国务院通过了《找矿突破战略行动纲要(2011-2020年)》,意味着新一轮地质找矿热潮将蓬勃掀起。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。

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。

《锶矿石 锶、钡、氧化钙、氧化镁、全铁、三氧化二铝成分量测定 混合熔剂半熔—电感耦合等离子体原子发射光谱法》的前处理方法为经典方法,2011年地质出版社出版的《岩石矿物分析》第四版第三分册收录了该方法,该方法精密度高,准确度符合 DZ/T 0130.3 《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》的天青石分析结果相对误差允许限测定要求。该方法为大型仪器多元素同时测定和常规化学法相比简便快速,提高了检测工作效率,和原来的经典检测方法相比,能实现一次熔矿,多元素同时测量,效率高,检出限低。用便宜的瓷坩埚替代了铂坩埚溶样,降低了生产成本,并且用碳酸钠、硝酸钾、草酸混合熔剂半熔温度比常用

的碳酸钠温度低，通过过滤，分离了样品中大量的硫酸根基体，在盐酸和王水介质中被测元素不会沉淀，在溶液中比较稳定，可以用等离子光谱仪实现同时测定，适合大批量生产的需要，有良好的经济效益。

该方法为锶矿石及其成矿元素（Sr），伴生元素（Ba），造岩元素（CaO、MgO、Fe₂O₃、Al₂O₃）的准确测试提供可靠的质量保证，而分析测试结果的准确将为寻找锶矿资源、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和技术贮备，具有深远的技术经济前景。

第四章 采用国际标准和国外先进标准的程度以及与国际、国内同类标准水平的对比情况

一、国际标准方法查新，经过国际 ISO 和美国 ASTM 查新，未发现有关锶矿石相关成分分析标准方法。

二、国内标准方法查新

(一) 我国国标方法查新

天青石的相关国标方法（GB 9018.1~10-1988）已被废止。

(二) 行标方法查新

原化工部的以下系列行标方法替代已替代相关国标：

1、HG/T 2958.1-1997 天青石矿石中锶和钙含量的测定 EDTA 容量法；

2、HG/T 2958.2-1997 天青石矿石中钡含量的测定 铬酸钡容量；

3、HG/T 2958.3-1997 天青石矿石中硫酸盐含量的测定 硫酸钡重量法；

4、HG/T 2958.4-1997 天青石矿石中钙和镁含量的测定 原子吸收光谱法；

5、HG/T 2958.5-1997 天青石矿石中硅含量的测定 钼蓝分光光度法；

6、HG/T 2958.6 -1997 天青石矿石中硅含量的测定 高氯酸脱水重量法；

7、HG/T 2958.7-1997 天青石矿石中铁含量的测定 磺基水杨酸分光光度法；

8、HG/T 2958.8-1997 天青石矿石中铝含量的测定 铬天青 S 分光

光度法；

9、HG/T 2958.9-1997 天青石矿石中铝含量的测定 EDTA 容量法；

10、HG/T 2958.10-1997 天青石矿石中吸附水含量的测定 重量法；

11、HG/T 2428-1993 天青石矿石中碳酸锶含量的测定 EDTA 容量法。

(三) 原地质矿产部部规程 DZG 93-04 稀有金属矿中稀有元素分析规程 第六部分

硫酸盐沉淀重量法测定锶量 (测定范围: $\geq 1\% \text{SrO}$)

原子吸收分光光度法测定锶量 (测定范围: $0.01 \sim 1.0\% \text{SrO}$)

六次甲基四胺沉淀分离—原子吸收分光光度法测定锶量 (测定范围 $0.005 \sim 1.0\% \text{SrO}$)

X 射线荧光光谱法测定锶量 (测定范围: $0.001 \sim 6.8\%$, $0.68 \sim 68\% \text{SrO}$)

所研制的锶矿石分析标准方法了填补国内相关种类的标准方法空白, 与国际、国内同类标准分析方法相比, 技术水平相当。

第五章 与有关的现行法律、法规和标准的关系

本标准在起草时遵循了《中华人民共和国标准化法》等法律规定，按照《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则（GB/T 1.1—2020）》和《标准编写规则 第 4 部分：试验方法标准（GB/T 20001.4-2015）》的要求进行编写，该方法为新研制的锶矿石分析方法，目前一共研制了以下 4 个锶矿石标准方法，以后将进一步完善相关的锶矿石系列成分分析方法。

1、《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》

2、《锶矿石化学分析方法 第 2 部分：硫含量的测定 混合熔剂半熔-硫酸钡重量法》

3、《锶矿石化学分析方法 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》

4、《锶矿石化学分析方法 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》

第六章 重大分歧意见的处理经过和依据

本标准制定过程中无重大分歧意见。

第七章 标准作为强制性和推荐性标准的建议

我国标准化法规定：保障人体健康、人身财产安全的标准和法律，行政法规规定强制执行的标准属于强制性标准。

由于本标准不涉及以下几方面的技术要求：

- 1、有关国家安全的技术要求；
- 2、保障人体健康和人身、财产安全的要求；
- 3、产品及产品生产、储运和使用中的安全、卫生、环境保护要求及国家需要控制的工程建设的其他要求；
- 4、工程建设的质量、安全、卫生、环境保护按要求及国家需要控制的工程建设的其他要求；
- 5、污染物排放限值和环境质量要求；
- 6、保护动植物生命安全和健康要求；
- 7、防止欺骗、保护消费者利益的要求；
- 8、国家需要控制的重要产品的技术要求。

因此，建议本标准为推荐性标准。

第八章 贯彻标准的要求和措施建议

本标准发布后，建议由自然资源标准化委员会制定标准贯彻实施计划。有条件的实验室，可根据需要选择采用本标准开展锑矿石样品中相关成分分析，以加强对本标准的推广应用。

第九章 废止现行有关标准的建议

本标准为首次发布，无现行标准和本标准类同，不涉及废止现行标准问题。

第十章 其他应予说明的事项

无