# DZ

## 中华人民共和国地质矿产行业标准

DZ/T XXXXX—202X

# 稀土矿石化学分析方法 第2部分:铝、铁、钙、镁、钾、钠、钛、 锰、磷及15个稀土元素含量测定混合酸分 解一电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of rare earth ore—Part 2: Determination of aluminium iron, calcium, magnesium, potassium, sodium, titanium, manganese, phosphorus and 15 rare earth elements content — Mixed acid digestion-inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

(报批稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

## 目 次

前		言.		II
引		言.		
1	范围.			
2	规范性	<b></b>	月文件	2
3	术语和	定义	ζ	2
4	原理.			2
5	试剂和	材料	斗	2
6	仪器设	ኒ备.		
7	样品.			4
8	试验步	テ骤.		4
9	试验数	女据女	▶理	4
10	精密	度		5
11	正确。	度		6
12	质量	保障	和控制	6
附	录	A	(资料性)	仪器参考工作条件7
附	录	В	(资料性)	元素标准储备溶液的配制9
附	录	С	(资料性)	实验室间精密度协作试验数据统计结果12
参	老	Ť	献	

## 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 XXXX-202X《稀土矿石化学分析方法》的第2部分。DZ/T XXXX-202X已经发布了以下部分。

- 一第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、铌、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。
- 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:朱云、张欣、孙红宾、王蕾、马生凤、郭琳、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 XXXX-202X《稀土矿石化学分析方法》。

DZ/T XXXX-202X拟由三个部分构成。

- 一第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。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 混合酸分解一电 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。
- 一第3部分: 锂、铍、钪、锰、钴、镍、铜、锌、镓、铷、铌、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。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、钪、锰、钴、镍、铜、锌、镓、铷、铌、钼、铟、铯、钽、钨、铊、铅、铋、钍、铀及15个稀土元素含量的分析方法。

本文件该部分针对稀土矿石中铝、铁、钙、镁、钾、钠、钛、锰、磷及15个稀土元素含量分析,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,和现有标准方法相比缩短了样品分解流程,提高了分析效率,将为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 混合酸分解一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,应熟知下述化学处理操作和仪器操作安全。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

本文件规定了混合酸分解-电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)测定稀土矿石中铝、铁、钙、镁、钾、钠、钛、锰、磷及15个稀土元素含量的方法。

本文件适用于稀土矿石中铝、铁、钙、镁、钾、钠、钛、锰、磷及15个稀土元素(钇、镧、铈、镨、 钕、钐、铕、钆、铽、镝、钬、铒、铥、镱、镥)含量的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。

元素	分析波长 λ	方法检出限	测定范围
九家	nm	$\mu_{ m g}/{ m g}$	MATEE
A1	396. 153	65	0.022 % ~20 %
Fe	239. 562	30	0.010 % ~15 %
Ca	317. 933	120	0.04 % ~15 %
Mg	285. 213	120	0.04 % ~10 %
K	766. 490	21	0.007 % ~5.0 %
Na	589. 592	40	0.013 % ~10 %
Ti	334. 940	5. 5	0.002 % ~2.5 %
Mn	259. 372	3.0	0.001 % ~2.0 %
Р	213. 618	175	0.058 % ~1 %
La	379. 478	13	43 μg/g ~25000 μg/g
Се	413. 380	17	55 μg/g ~25000 μg/g
Pr	414. 311	8.5	28 μg/g ~25000 μg/g
Nd	406. 109	4.5	15 μg/g ~25000 μg/g
Sm	442. 434	9. 5	31 μg/g ~25000 μg/g
Eu	381. 967	3.6	12 μg/g ~25000 μg/g
Gd	335. 047	16	51 μg/g ~10000 μg/g
Tb	350, 917	8.0	27 μg/g ~10000 μg/g

表1 方法检出限及测定范围

元素	分析波长 λ nm	方法检出限 μg/g	测定范围
Dy	353. 170	4.1	14 μg/g ~10000 μg/g
Но	339. 898	4.0	13 μg/g ~10000 μg/g
Er	349. 910	9. 0	30 μg/g ~10000 μg/g
Tm	346. 220	11	35 μg/g ~10000 μg/g
Yb	328. 937	0.3	1.0 μg/g ~10000 μg/g
Lu	261. 542	1.5	5.0 μg/g ~10000 μg/g
Y	360. 073	0.3	1.0 μg/g ~25000 μg/g

表 1 方法检出限及测定范围(续)

注1:方法检出限是用带基体的标准溶液10次测定结果的3倍标准偏差乘以稀释因数计算求得,测定范围是用带基体的标准溶液10次测定结果的10倍标准偏差乘以稀释因数计算求得,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 14505 岩石和矿石化学分析方法 总则及一般规定

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

DZ/T 0130 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,试液经雾化后由载气引入氩等离子体炬焰中,待测元素的原子或离子被激发到激发态,回到低能态时发射出特征光谱。在一定浓度范围内,其特征光谱的强度与样品中待测元素的浓度成正比,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!

本文件除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯及以上化学试剂,所用水符合GB/T 6682一级水要求。

- 5.1 盐酸: ρ =1.19 g/mL。
- 5.2 硝酸: ρ =1.42 g/mL。
- 5.3 氢氟酸:  $\rho = 1.16 \text{ g/mL}$ 。
- 5.4 高氯酸:  $\rho = 1.67$  g/mL。
- 5.5 硫酸:  $\rho = 1.84 \text{ g/mL}$ 。
- 5.6 硫酸溶液 (1+1): 用 1 份硫酸 (5.5) 与 1 份水混合。
- 5.7 盐酸溶液 (1+1): 用 1 份盐酸 (5.1) 与 1 份水混合。
- 5.8 盐酸溶液 (1+9): 用1份盐酸 (5.1) 与9份水混合。
- 5.9 盐酸溶液 (5+95): 用 5 份盐酸 (5.1) 与 95 份水混合。
- 5.10 混合酸溶液: 用1份硫酸溶液 (5.5) 与99份盐酸溶液 (5.8) 混合。
- 5.11 单元素标准储备溶液:用有证标准物质配制,具体配制方法参见附录 B,也可购买市售有证的单元素储备溶液。
- 5.12 多元素混合校准溶液:直接用单元素标准储备溶液(5.11)配制多元素混合校准工作溶液,也可以用市售(有证标准物质)多元素混合标准溶液稀释得到。配制的校准溶液系列的元素组合、浓度见表2,校准溶液的介质为混合酸溶液(5.10)。

#### 表2 校准溶液系列的元素组合和质量浓度

单位为微克每毫升

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
	Al. Fe	0	2.00	20.0	100	150	200
标准溶液 1	Mg, Ca	0	2.00	10.0	50.0	100	150
	Na, K	0	2.00	10.0	20.0	30.0	50.0
标准溶液 2	Ti, Mn	0	5. 00	10.0	20.0	30.0	50.0
你任役权 2	P	0	5. 00	10.0	20.0	15.0	20.0
标准溶液 3	La、Ce、Pr、Nd、 Sm、 Eu、 Y	0	5.00	10.0	20.0	30.0	50.0
标准溶液 4	Gd、Tb 、Dy、Ho、Er、Tb、Yb、 Lu	0	5.00	10.0	20.0	15.0	20.0
注1: 校	准标准溶液元素质量浓度可根据测定溶	容液的元素质	5量浓度,在	E确定的检测	范围内进行	<b>亍调整</b> 。	

5.13 氩气: φ (Ar) ≥99.996 %

#### 6 仪器设备

- 6.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪,光学分辨率: <0.009 nm (200 nm 处)。
- 6.2 分析天平: 感量 0.1 mg。
- 6.3 多孔控温电热板: 最高温度 210 ℃,控温精度±5 ℃。
- 6.4 聚四氟乙烯坩埚: 容积为 30 mL。
- 6.5 控温鼓风干燥箱:最高温度300℃,控温精度±2℃。

#### 7 样品

- 7.1 按照 GB/T 14505 的相关规定,样品加工粒径应小于 74 µm。
- **7.2** 样品在 105 ℃±2 ℃烘箱中预干燥 2 h~4 h 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。

#### 8 试验步骤

#### 8.1 空白试验

随同样品进行双份空白试验,所有试剂取自同一瓶,加入同等的量,采用与样品分解相同的试验步骤。

#### 8.2 验证试验

随同样品分析基体相同、含量相近的有证标准物质,制备验证试验溶液。

#### 8.3 样品分解

- 8.3.1 将样品 (7.3) 置于聚四氟乙烯坩埚 (6.4) 中。加入 3 mL 盐酸 (5.1) ,2 mL 硝酸 (5.2) ,3 mL 氢氟酸 (5.3) ,1 mL 高氯酸 (5.4) ,1 mL 硫酸溶液 (5.6) ,盖上坩埚盖,把坩埚放在控温电热板上,开启电热板 (6.3) ,控制温度为 130  $\mathbb{C}$ 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(5.8)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(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 容量瓶用水稀释定容,摇匀备用。此为电感耦合等离子体原子发射光谱测定溶液。

#### 8.4 测定

- 8.4.1 按照电感耦合等离子体发射光谱仪操作说明书规定条件启动仪器,仪器启动后至少稳定 30 min。
- 8.4.2 建立分析方法,选择元素和波长,设定测定参数(参见附录A),编制样品分析表。
- 8.4.3 校准曲线绘制:以多元素混合校准溶液系列(5.12)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。数据采集至少3次,取平均值。
- 8.4.4 每批样品测定时,同时测定空白溶液(8.1)、标准物质溶液(8.2)。
- 8.4.5 样品测定间隔用盐酸溶液(5.9)清洗系统。

#### 9 试验数据处理

样品溶液中各待测元素以质量分数 $\omega$  (B)计,数值以" $\mu$ g/g"表示时,按式(1)计算:

$$\omega(B) = \frac{(\rho - \rho_0) \times V}{m}$$
 (1)

数值以"%"表示时,按式(2)计算:

$$\omega(B) = \frac{(\rho - \rho_0) \times V}{m \times 10000}$$
 (2)

式(1)和式(2)中:

- ρ ——样品测定溶液(见8.3.4)中待测元素的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- $\rho_0$  ——空白试验溶液(见8.1)中待测元素的质量浓度,单位为微克每毫升( $\mu_g/mL$ );
- V ——样品测定溶液(见8.3.4)的体积,单位为毫升(mL);
- m ——试验用样品(见7.3)的质量,单位为克(g)。

所得结果表示为: XX. XX %、X. XX %、0. XXX %、XX. X μ g/g、X. XX μ g/g、0. XX μ g/g、0. OXX μ g/g。

#### 10 精密度

- **10**. 1 按 GB/T 6379. 2 规定的方法,确定混合酸分解-电感耦合等离子原子发射光谱法测定稀土矿石中铝、铁、钙、镁、钾、钠、钛、锰、磷和稀土元素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。
- **10.2** 在重复性条件下获得的两次独立测定值,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。
- **10.3** 在再现性条件下获得的两次独立测定值,在表 3 给出的水平范围内,其绝对差值超过再现性 (R) 的情况不超过 5%,再现性 (R) 按表 3 所列方程式计算。

表3 混合酸分解-电感耦合等离子原子发射光谱法测定稀土矿石中铝、铁、钙、镁、钾、钠、钛、 锰、磷和稀土元素含量的方法精密度

单位为微克每克

成分	水平范围 加	重复性限 r	再现性限 R
A1*	1.30~10.06	r = 0.04 + 0.023 m	R = 0.109 + 0.065 m
Fe*	0.50~14.78	r = 0.0016 + 0.033 m	R = 0.0141 + 0.105 m
Ca*	0.021~14.92	r = 0.0028 + 0.032 m	R = 0.0177 + 0.12 m
Mg*	0.060~1.80	r = 0.0042 + 0.028 m	R = 0.007 + 0.207 m
<b>K</b> *	$0.67 \sim 4.58$	r = 0.0153 + 0.023 m	R = 0.155 + 0.038 m
Na*	$0.047 \sim 1.50$	r = 0.0035 + 0.035 m	R = 0.009 + 0.193 m
Ti*	$0.009 \sim 0.59$	r = 0.0009 + 0.046 m	R = 0.0047 + 0.188 m
Mn*	$0.043 \sim 0.57$	r = 0.0005 + 0.038 m	R = 0.193 m
P*	0.003~0.92	r = 0.0004 + 0.032 m	R = 0.002 + 0.179 m
La	1963~12732	r = 0.034 m	R = 0.109 m
Се	180~26737	r = 2.49 + 0.04 m	R = 0.23 m
Pr	446~2411	r = 0.047 m	R = 4.34 + 0.16 m
Nd	1595~8631	$r = 0.065  \text{m}^{0.95}$	R = 30.59 + 0.091 m
Sm	285~1683	$r = 0.31  \text{m}^{0.72}$	$R = 0.25 \text{ m}^{0.97}$
Eu	8. 51~132	r = 0.47 + 0.052 m	R = 1.33 + 0.23 m
Gd	64. 2~2200	r = 8.4 + 0.03 m	$R = 3.84 \text{ m}^{0.49}$
Tb	26.7~470	r = 2.42 + 0.042 m	R = 11.79 + 0.094 m
Dy	35.3~3200	r = 2.91 + 0.033 m	R = 28 + 0.036 m
Но	3.9~560	$r = 0.53  \text{m}^{0.58}$	R = 5.22 + 0.14 m
Er	15~1700	r = 0.1 m	R = 24.92 + 0.071 m
Tm	0.63~270	r = 0.15 + 0.061 m	R = 0.95 + 0.19 m
Yb	4.7~1800	r = 0.47 + 0.033 m	R = 3.27 + 0.093 m

#### 表3 混合酸分解-电感耦合等离子原子发射光谱法测定稀土矿石中铝、铁、钙、镁、钾、钠、钛、 锰、磷和稀土元素含量的方法精密度(续)

成分	水平范围 加	重复性限 r	再现性限 R
Lu	1.54~260	r = 0.46 + 0.039 m	R = 3.9 + 0.054 m
Y	78.2~17000	r = 2.82 + 0.078 m	R = 27.52 + 0.078 m

注1: 精密度数据是依据GB/T 6379.2,由12家实验室对5个含量水平样品,分别在重复性条件下测

定4次,对数据统计剔除离群值后计算得到

注2: 带\*成分的含量单位为%

#### 11 正确度

按GB/T 6379.4 规定的方法,选择3个不同含量范围的稀土矿石国家有证标准物质,在12个实验室间进行了方法正确度试验,得到的方法正确度数据参见附录C。

#### 12 质量保障和控制

- 12.1 制备校准标准溶液应该补加和样品同量的硫酸,保持样品和标准溶液的基体尽量相近。
- **12.2** 制备多元素混合校准标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。新配好的标准溶液转移至干净的聚丙烯瓶中保存,并定期核查其稳定性。
- **12.3** 校准曲线的相关系数  $\gamma \geq 0.999$ 。
- 12.4 每批样品分析,应同时进行空白试验、重复试样、标准物质分析,符合 DZ/T 0130 规范要求。

### 附 录 A (资料性) 仪器参考工作条件

### A. 1 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 A. 1。

#### 表A.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪参考工作条件

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
雾化器类型	高盐玻璃同心雾化器
样品提取量 mL/min	1.5
观测方式	垂直
观测高度 mm	15

#### A. 2 各元素选用的波长、主要干扰元素扣除见表 A. 2。

#### 表A. 2 元素波长、主要干扰元素扣除

序号	元素	波长 nm	干扰元素扣除
1	A1	396. 153	
2	Mn	259. 372	
3	Р	213. 618	Fe
4	Ti	334. 940	
5	Na	589. 592	
6	Fe	239. 562	
7	K	766. 490	
8	Ca	317. 933	

表A. 2 元素波长、主要干扰元素扣除(续)

序号	元素	波长 nm	干扰元素扣除
9	Mg	285. 213	
10	Y	360. 073	
11	La	379. 478	Се
12	Се	413. 380	Fe
13	Pr	414. 311	Ti、La
14	Nd	406. 109	La, Ce
15	Sm	442. 434	Се
16	Eu	381. 967	Ti
17	Gd	335. 047	Се
18	Tb	350. 917	Pr
19	Dy	353. 170	Mn, Ce
20	Но	339. 898	Се
21	Er	349. 910	Се
22	Tm	346. 220	
23	Yb	328. 937	
24	Lu	261. 542	

#### 附 录 B (资料性) 元素标准储备溶液的配制

警示——本标准并未完全指出方法所用试剂的毒性、致癌性和放射性。每个实验室都有责任维护有 关法则中关于本方法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 钛标准溶液(1.000 mg/mL)

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

#### B. 2 锰标准溶液 (1.000 mg/mL)

准确称取0.6942 g 光谱纯四氧化三锰 (Mn<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) ,置于烧杯中,加入25 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. 3 铁标准溶液(10.000 mg/mL)

准确称取5.0000 g 高纯金属铁 (Fe),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500 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

#### B. 4 钙标准溶液(10.000 mg/mL)

准确称取12.4900 g 高纯碳酸钙(CaCO<sub>3</sub>),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500 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

#### B.5 镁标准溶液(10.000 mg/mL)

准确称取8.2915 g 氧化镁(Mg0,800℃灼烧1小时),置于烧杯中,盖上表皿,沿杯壁加入100 mL(1+1) 盐酸微热溶解。将溶液移入500 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

#### B. 6 铝标准溶液(10.000 mg/mL)

准确称取5.0000 g金属铝(A1,纯度99.95%),置于烧杯中,盖上表皿,沿杯壁加入100 mL(1+1)盐酸,及少量硝酸微热溶解。将溶液移入500 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

#### B. 7 钾标准溶液 (5.000 mg/mL)

准确称取4.7670 g 氯化钾(KC1, 预先在400-500℃灼烧至恒量, 无爆裂声, 冷却至室温后使用), 溶于少量水后, 加入100 mL盐酸(1+1), 移入500 ml容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

#### B.8 钠标准溶液 (5.000 mg/mL)

准确称取5.76275 g 无水碳酸钠  $(Na_2CO_3)$  , 溶于少量水后,加入100 mL盐酸 (1+1) ,移入500 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

#### B.9 镧标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取0.5865 g 经850 ℃灼烧过的高纯三氧化二镧(La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>),置于烧杯中,用水润湿,加入100 mL盐酸(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. 10 铈标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取0.6140 g 经850 ℃灼烧过的高纯二氧化铈(CeO<sub>2</sub>),置于烧杯中,加入100 mL硝酸(1+1),并加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. 11 镨标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取0.6040 g 高纯氧化镨( $Pr_6O_{11}$ )于烧杯中,加入150 mL王水(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. 12 钕标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取0.5830 g 高纯三氧化二钕( $Nd_2O_3$ ),置于烧杯中,加入200 mL盐酸(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. 13 钐标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取0.5800 g 高纯三氧化二钐( $Sm_2O_3$ ),置于烧杯中,加入150 mL王水(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 铕标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取0.5790 g 经850 ℃灼烧过的光谱纯三氧化二铕( $Eu_2O_3$ ),置于烧杯中,加入150 mL王水(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. 15 钆标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取0.5765 g 经850 ℃灼烧过的光谱纯三氧化二钆( $Gd_2O_3$ ),置于烧杯中,加入150 mL王水(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. 16 铽标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取0.5880 g 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(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. 17 镝标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取0.5740 g 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(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. 18 钬标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取0.5730 g 经850 ℃灼烧过的高纯三氧化二钬(Ho<sub>2</sub>O<sub>3</sub>),置于烧杯中,加入150 mL王水(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. 19 铒标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取0.5720 g 经850 ℃灼烧过的高纯三氧化二铒(Er<sub>2</sub>O<sub>3</sub>),置于烧杯中,加入200 mL盐酸(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. 20 铥标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取0.5710 g 经850 ℃灼烧过的光谱纯三氧化二铥(Tm<sub>2</sub>O<sub>3</sub>),置于烧杯中,加入150 mL王水(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。

#### 

准确称取0.5695 g 经850 ℃灼烧过的高纯三氧化二镱(Yb₂O₃),置于烧杯中,加入100 mL盐酸(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 镥标准溶液 (1.000 mg/mL)

准确称取0.5785 g 经850 ℃灼烧过的高纯三氧化二镥(Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub>),置于烧杯中,加入150 mL王水(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. 23 钇标准溶液 (1.000 mg/mL)

准确称取0.6350 g 经850 °C 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(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. 24 磷标准溶液 (1.000 mg/mL)

称取2.1968 g预先经105℃干燥的高纯磷酸二氢钾( $KH_2PO_4$ ),置于150 mL烧杯中,加水溶解后,移入500 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

## 附 录 C (资料性) 实验室间精密度协作试验数据统计结果

通过精密协作试验得到的方法与结果的准确度(正确度和精密度)统计参数结果见表 C. 1~表 C. 24。

表C. 1 稀土矿石样品中 Al 量: 重复性限与再现性限及测量方法偏倚统计结果

<b>公山</b>	水平						
统计参数 	GBW07161	GBW07187	GBW07188	BST-1	尾砂		
参加实验室数(p)	12	12	12	12	12		
有效实验室数(p)	11	12	12	12	12		
总平均值( <b>示</b> ) %	10.10	8.78	7.46	4.43	1.30		
标准值(μ) %	10.06	8.78	7.55	-	-		
相对误差( <i>RE</i> ) %	0.46	0.05	-1.14	-	-		
重复性标准差(s <sub>r</sub> )%	0.078	0.117	0.076	0.043	0.026		
再现性标准差(s <sub>R</sub> ) %	0.242	0.277	0.231	0.129	0.071		
重复性限(r) %	0.216	0.324	0.210	0.118	0.073		
再现性限( <i>R</i> ) %	0.670	0.767	0.640	0.359	0.197		
测量方法偏倚 ( <b>&amp;</b> ) %	0.046	0.004	-0.086	_	_		
<b>δ</b> -A • s <sub>R</sub> %	-0.091	-0.141	-0.212	_	_		
€+A • s <sub>R</sub> %	0.183	0.150	0.039				

表C. 2 稀土矿石样品中 Fe 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					
(ボロ ) 一	GBW07161	GBW07187	GBW07188	BST-1	尾砂	
参加实验室数(p)	12	12	12	12	12	
有效实验室数(p)	12	12	11	12	12	

表 C. 2 稀土矿石样品中 Fe 量: 重复性限与再现性限及测量方法偏倚统计结果(续)

<b>公社会</b> 粉			水平		
统计参数 	GBW07161	GBW07187	GBW07188	BST-1	尾砂
总平均值(🕏)	2.42	0.522	1.59	6.94	14.78
%	2.12	0.022	1.07	0.51	11.70
标准值(μ)	2.42	0.497	1.57	_	_
%	2.42	0.477	1.57	_	
相对误差(RE)	-0.19	5.05	2.31	_	_
%	-0.17	3.03	2.31		
重复性标准差(sr)	0.032	0.007	0.021	0.061	0.203
%	0.032	0.007	0.021	0.001	0.203
再现性标准差(s <sub>R</sub> )	0.068	0.029	0.047	0.178	0.974
%	0.000	0.027	0.047	0.176	0.574
重复性限(r)	0.090	0.018	0.059	0.168	0.563
%	0.070	0.010	0.037	0.100	0.505
再现性限 (R)	0.187	0.081	0.130	0.494	2.701
%	0.167	0.061	0.130	0.424	2.701
测量方法偏倚 (💰)	-0.005	0.025	0.021		
%	-0.003	0.023	0.021	_	
ô-A ∙s <sub>R</sub>	-0.0395	0.0088	-0.0056		
%	-0.0373	0.0000	-0.0030	<del>-</del>	_
$\delta + A \cdot s_R$	0.0302	0.0413	0.0479		
%	0.0302	0.0413	0.0477		

表C. 3 稀土矿石样品中 Ca 量: 重复性限与再现性限及测量方法偏倚统计结果

<b>公江</b>	水平						
统计参数	GBW07161	GBW07187	GBW07188	BST-1	尾砂		
参加实验室数(p)	12	12	12	12	12		
有效实验室数(p)	11	11	10	11	11		
总平均值( <b>示</b> ) %	0.02	0.09	0.21	5.74	14.92		
标准值(µ) %	0.021	0.079	0.21	-	-		
相对误差( <i>RE</i> ) %	8.62	6.67	3.19	-	-		
重复性标准差(s <sub>r</sub> )%	0.001	0.002	0.004	0.055	3.201		

表 C. 3 稀土矿石样品中 Ca 量: 重复性限与再现性限及测量方法偏倚统计结果(续)

统计参数	水平						
<b>红日</b>	GBW07161	GBW07187	GBW07188	BST-1	尾砂		
再现性标准差(s <sub>R</sub> ) %	0.004	0.015	0.018	0.236	0.556		
重复性限(r) %	0.003	0.006	0.010	0.152	0.558		
再现性限( <i>R</i> ) %	0.012	0.042	0.049	0.655	1.541		
测量方法偏倚( <b>る</b> ) %	0.002	0.007	0.007				
<b>δ</b> -A • s <sub>R</sub> %	-0.0002	-0.0020	-0.0042				
\$\varepsilon +A • s <sub>R</sub> %	0.0049	0.0165	0.0174				

表C. 4 稀土矿石样品中 Mg 量: 重复性限与再现性限及测量方法偏倚统计结果

<b>依江</b>			水平		
统计参数 	GBW07161	GBW07187	GBW07188	BST-1	尾砂
参加实验室数(p)	12	12	12	12	12
有效实验室数(p)	12	12	12	12	12
总平均值( <b>▽</b> ) %	0.143	0.078	0.061	1.33	1.80
标准值(μ) %	0.139	0.078	0.066	-	_
相对误差( <i>RE</i> ) %	2.36	-1.12	-8.67	-	-
重复性标准差(s <sub>r</sub> )%	0.003	0.002	0.002	0.014	0.022
再现性标准差(s <sub>R</sub> )	0.010	0.007	0.009	0.102	0.156
重复性限(r) %	0.008	0.006	0.007	0.038	0.062
再现性限( <i>R</i> ) %	0.029	0.020	0.024	0.282	0.431
测量方法偏倚 ( <b>&amp;</b> ) %	0.0033	-0.0009	-0.0058	_	_
<b>&amp;</b> -A • s <sub>R</sub> %	-0.0024	-0.0049	-0.0105	_	_

表 C. 4 稀土矿石样品中 Mg 量: 重复性限与再现性限及测量方法偏倚统计结果(续)

<b>公</b> 社		水平					
统计参数	GBW07161	GBW07187	GBW07188	BST-1	尾砂		
€+A • SR %	0.0090	0.0031	-0.0010	_	_		

#### 表C.5 稀土矿石样品中 K 量: 重复性限与再现性限及测量方法偏倚统计结果

<b>公儿</b> 套料		水平						
统计参数	GBW07161	GBW07187	GBW07188	BST-1	尾砂			
参加实验室数(p)	12	12	12	12	12			
有效实验室数(p)	12	11	12	11	11			
总平均值( <del>。</del> ) %	1.77	3.41	4.68	1.53	0.671			
标准值(μ) %	1.75	3.35	4.58	-	-			
相对误差( <i>RE</i> ) %	1.07	2.02	2.17	-	-			
重复性标准差(s <sub>r</sub> )	0.020	0.034	0.042	0.021	0.010			
再现性标准差(s <sub>R</sub> )	0.043	0.097	0.140	0.093	0.074			
重复性限(r) %	0.056	0.094	0.118	0.059	0.029			
再现性限( <i>R</i> ) %	0.119	0.268	0.388	0.259	0.206			
测量方法偏倚( <b>&amp;</b> ) %	0.0187	0.0677	0.0993	_	_			
6-A • SR %	-0.0036	0.0134	0.0228	_	_			
<b>&amp;</b> +A • s <sub>R</sub> %	0.0409	0.1221	0.1758	_	_			

#### 表C. 6 稀土矿石样品中 Na 量: 重复性限与再现性限及测量方法偏倚统计结果

<b>公</b> 社会粉	水平					
<b>统</b> 计参数	GBW07161	GBW07187	GBW07188	BST-1	尾砂	
参加实验室数(p)	12	12	12	12	12	
有效实验室数(p)	12	10	11	12	11	

表 C. 6 稀土矿石样品中 Na 量: 重复性限与再现性限及测量方法偏倚统计结果(续)

<b>你江</b>			水平		
统计参数 	GBW07161	GBW07187	GBW07188	BST-1	尾砂
总平均值( <b>示</b> ) %	0.046	0.086	0.476	1.500	1.408
标准值( <b>µ</b> ) %	0.047	0.096	0.490	-	-
相对误差( <i>RE</i> ) %	-2.67	-10.42	-2.75	-	-
重复性标准差(s <sub>r</sub> )%	0.002	0.003	0.006	0.023	0.019
再现性标准差(s <sub>R</sub> )	0.006	0.010	0.036	0.111	0.093
重复性限(r) %	0.005	0.007	0.016	0.063	0.054
再现性限( <i>R</i> ) %	0.016	0.029	0.101	0.308	0.258
测量方法偏倚( <b>δ</b> ) %	-0.0013	-0.0101	-0.0135	_	_
<b>δ</b> -A • s <sub>R</sub> %	-0.0045	-0.0164	-0.0348	_	_
\$\varepsilon\$ +A • s <sub>R</sub> %	0.0019	-0.0037	0.0078	_	_

表C. 7 稀土矿石样品中 Ti 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						
(九月 / 多	GBW07161	GBW07187	GBW07188	BST-1	尾砂		
参加实验室数(p)	12	12	12	12	12		
有效实验室数(p)	11	9	12	10	12		
总平均值( <b>示</b> ) %	0.319	0.008	0.102	0.337	0.593		
标准值(μ) %	0.318	0.011	0.102	-	-		
相对误差( <i>RE</i> ) %	0.26	-16.67	0.00	1	-		
重复性标准差(s <sub>r</sub> ) %	0.005	0.000	0.002	0.007	0.008		

表 C. 7 稀土矿石样品中 Ti 量: 重复性限与再现性限及测量方法偏倚统计结果(续)

统计参数	水平					
51.17 多数	GBW07161	GBW07187	GBW07188	BST-1	尾砂	
再现性标准差(s <sub>R</sub> ) %	0.016	0.002	0.009	0.018	0.064	
重复性限(r) %	0.013	0.001	0.006	0.019	0.023	
再现性限( <i>R</i> ) %	0.044	0.006	0.025	0.050	0.177	
测量方法偏倚( <b>る</b> ) %	0.0008	-0.0027	0.0000		_	
<b>δ</b> -A • s <sub>R</sub> %	-0.0082	-0.0040	-0.0050		_	
\$€+A • SR %	0.0098	-0.0014	0.0050	_	_	

表C. 8 稀土矿石样品中 Mn 量: 重复性限与再现性限及测量方法偏倚统计结果

<b>公江</b>			水平		
统计参数	GBW07161	GBW07187	GBW07188	BST-1	尾砂
参加实验室数(p)	12	12	12	12	12
有效实验室数(p)	11	10	12	12	12
总平均值( <b>示</b> ) %	0.055	0.083	0.043	0.359	0.575
标准值(μ) %	0.053	0.077	0.040	-	-
相对误差( <i>RE</i> ) %	2.14	6.83	5.73	-	-
重复性标准差(s <sub>r</sub> )%	0.001	0.002	0.001	0.005	0.008
再现性标准差(s <sub>R</sub> )	0.002	0.007	0.002	0.036	0.43
重复性限(r) %	0.002	0.005	0.002	0.014	0.022
再现性限( <i>R</i> ) %	0.007	0.019	0.005	0.101	0.119
测量方法偏倚( <b>δ</b> ) %	0.0011	0.0052	0.0023	_	_
<b>&amp;</b> -A • s <sub>R</sub> %	-0.0002	0.0013	0.0013	_	_

表 C. 8 稀土矿石样品中 Mn 量: 重复性限与再现性限及测量方法偏倚统计结果(续)

<b>公社</b>		水平					
统计参数	GBW07161	GBW07187	GBW07188	BST-1	尾砂		
<b>&amp;</b> +A • s <sub>R</sub> %	0.0025	0.0091	0.0033	_	_		

#### 表C.9 稀土矿石样品中P量: 重复性限与再现性限及测量方法偏倚统计结果

12-11 A.W.			水平		
统计参数	GBW07161	GBW07187	GBW07188	BST-1	尾砂
参加实验室数(p)	12	12	12	12	12
有效实验室数(p)	12	11	12	11	11
总平均值( <b>▽</b> ) %	0.030	0.007	0.017	0.75	2.11
标准值(μ) %	0.013	0.003	0.009	-	-
相对误差( <i>RE</i> ) %	4.92	-8.71	-17.13	-	-
重复性标准差(sr) %	0.0003	0.0002	0.000	0.006	0.007
再现性标准差(s <sub>R</sub> )	0.0013	0.0004	0.002	0.021	0.056
重复性限(r) %	0.001	0.000	0.001	0.015	0.019
再现性限( <i>R</i> ) %	0.004	0.001	0.006	0.058	0.155
测量方法偏倚( <b>&amp;</b> ) %	-0.0001	-0.0002	-0.0022	_	_
<b>&amp;</b> -A • s <sub>R</sub> %	-0.0010	-0.0004	-0.0037	_	_
<b>∂</b> +A • s <sub>R</sub> %	0.0007	0.0000	-0.0008		_

#### 表C. 10 稀土矿石样品中 La 量: 重复性限与再现性限及测量方法偏倚统计结果

<b>公山</b>	水平					
统计参数 	GBW07161	GBW07187	GBW07188	BST-1	尾砂	
参加实验室数(p)	12	12	12	12	12	
有效实验室数(p)	12	12	12	12	12	

表 C. 10 稀土矿石样品中 La 量: 重复性限与再现性限及测量方法偏倚统计结果(续)

统计参数	水平						
(九月) 一	GBW07161	GBW07187	GBW07188	BST-1	尾砂		
总平均值(🕏)	2413	2172	1953	3825	12732		
μg/g	2413	2172	1933	3623	12/32		
标准值(μ)	2362	2130	2000	_	_		
$\mu_{ m g}/{ m g}$	2302	2130	2000	_	_		
相对误差( <i>RE</i> )	3.28	2.45	-1.84	_	-		
%	3.26	2.43	-1.04	-	-		
重复性标准差(sr)	28.24	24.60	20.08	32.07	243.86		
μg/g	28.24	24.00	20.08	32.07	243.80		
再现性标准差(s <sub>R</sub> )	39.24	35.02	59.57	244.52	888.20		
μg/g	37.24	33.02			000.20		
重复性限(r)	78.3	68.2	55.7	88.9	676.0		
μg/g	76.5	00.2					
再现性限(R)	108.8	97.1	165.1	677.8	3.0		
μg/g	100.0	<i>77.1</i>	103.1	077.0	3.0		
测量方法偏倚 (💰)	50.6	42.1	-46.8	_	-		
μg/g	30.0	72.1	-40.0	_	_		
$\delta$ -A • $s_R$	31.6	25.6	-82.2	_	_		
μg/g	31.0	25.0	-02.2		-		
$\delta +A \cdot s_R$	69.6	58.5	-11.5	11.5	_		
μg/g	07.0	50.5	11.5				

表C. 11 稀土矿石样品中 Ce 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					
(九) / 少数 (二) / (1	GBW07161	GBW07187	GBW07188	BST-1	尾砂	
参加实验室数(p)	12	12	12	12	12	
有效实验室数(p)	10	11	10	10	10	
总平均值(₹)	179	183	402	8293	26737	
μg/g	179		402		20737	
标准值(μ)	187	170	430	_	_	
$\mu_{ m g}/{ m g}$	167	170	430			
相对误差(RE)	-4.41	7.86	-6.40	_		
%	<del>-4.4</del> 1	7.80	-0.40			

表 C. 11 稀土矿石样品中 Ce 量: 重复性限与再现性限及测量方法偏倚统计结果(续)

<b>依江</b>	水平						
统计参数	GBW07161	GBW07187	GBW07188	BST-1	尾砂		
重复性标准差(sr)	4.149	3.020	6.038	108.705	440.985		
μg/g	4.149	3.020	0.038	108.703	440.983		
再现性标准差(s <sub>R</sub> )	14.012	21.995	23.542	713.523	2147.497		
μg/g	14.012	21.993	23.342	713.323	2147.497		
重复性限(r)	11.618	8.456	16.907	304.373	1234.759		
μg/g	11.010	0.430	10.507		1234.737		
再现性限(R)	39.233	61.585	65.918	1997.863	6012.992		
μg/g	37.233	01.505	03.718	1777.003	0012.772		
测量方法偏倚 (💰)	-8.25	13.36	-27.53	_	_		
μg/g	0.23	13.30	-21.55	_	_		
$\delta$ -A • $s_R$	-16.64	0.46	-41.75	-	_		
μg/g	10.04	0.40	41.73				
$\delta +A \cdot s_R$	0.14	26.27	-13.30	_	_		
μg/g	0.17	20.27	15.50				

表C. 12 稀土矿石样品中 Pr 量: 重复性限与再现性限及测量方法偏倚统计结果

<b>公江</b>			水平		
统计参数 	GBW07161	GBW07187	GBW07188	BST-1	尾砂
参加实验室数(p)	12	12	12	12	12
有效实验室数(p)	10	11	11	10	10
总平均值(₹)	439	539	756	768	2411
μg/g	439	339	730	708	2411
标准值(μ)	116	550	730	_	_
$\mu_{ m g}/{ m g}$	446	330	/30		
相对误差(RE)	-1.46	-2.03	3.51	_	
%	-1.40	-2.03	3.31		_
重复性标准差(s <sub>r</sub> )	5.191	7.747	16.413	14.844	40.965
μg/g	3.191	7.747	10.413	14.044	40.903
再现性标准差(sR)	16.734	38.846	49.996	55.782	103.672
μg/g	10.734	36.640	49.990	33.782	103.072
重复性限(r)	14.534	21.691	45.957	41.564	114.703
μg/g	14.554	21.091	43.937	41.504	114.703
再现性限(R)	46.856	108.769	139.989	156.190	290.282
μg/g	40.830	100.709	139.909	130.190	230.282
测量方法偏倚 (💰)	-6.52	-11.18	25.64		
μg/g	-0.32	-11.10	23.U <del>1</del>	-	-

表 C. 12 稀土矿石样品中 Pr 量: 重复性限与再现性限及测量方法偏倚统计结果(续)

统计参数		水平					
<b>红 月                                   </b>	GBW07161	GBW07187	GBW07188	BST-1	尾砂		
δ-A • s <sub>R</sub> μg/g	-16.52	-33.79	-2.69	-	-		
6 +A • s <sub>R</sub>	2.47	11.42	52.06				
μg/g	3.47	11.43	53.96	-	-		

表C. 13 稀土矿石样品中 Nd 量: 重复性限与再现性限及测量方法偏倚统计结果

分工会业	水平						
统计参数	GBW07161	GBW07187	GBW07188	BST-1	尾砂		
参加实验室数(p)	12	12	12	12	12		
有效实验室数(p)	12	12	12	11	10		
总平均值( <del>页</del> )	1592	2010	3341	2888	8631		
μg/g	1392	2010	3341	2000	8031		
标准值(μ)	1595	2060	3400	_	_		
$\mu_{ m g}/{ m g}$	1373	2000	3400				
相对误差(RE)	-0.19	-2.45	-1.73	_	_		
%	-0.17	-2.43	-1.73				
重复性标准差(s <sub>r</sub> )	25.247	27.412	78.050	35.864	112.741		
μg/g	23.247	27.412	, 0.020		1121711		
再现性标准差(s <sub>R</sub> )	68.043	78.006	130.118	82.964	315.154		
μg/g	00.043	78.000	130.110	02.701	313.134		
重复性限(r)	70.691	76.754	218.541	100.418	315.675		
μg/g	70.071	70.75	210.541	100.410	313.073		
再现性限(R)	190.521	218.416	364.331	232.300	882.431		
μg/g	190.321	210.110	301.331				
测量方法偏倚 (💰)	-2.98	-50.46	-58.98		_		
μg/g	2.90	30.10	30.30				
$\delta$ -A • $s_R$	-39.44	-92.50	-121.89	_	_		
μg/g	32	72.50	121.07				
$\delta +A \cdot s_R$	33.48	-8.42	3.93	_	_		
μg/g	33.10	0.12	3.73				

表C. 14 稀土矿石样品中 Sm 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					
知识多数	GBW07161	GBW07187	GBW07188	BST-1	尾砂	

表 C. 14 稀土矿石样品中 Sm 量: 重复性限与再现性限及测量方法偏倚统计结果(续)

统计参数	水平					
	GBW07161	GBW07187	GBW07188	BST-1	尾砂	
参加实验室数(p)	12	12	12	12	12	
有效实验室数(p)	12	12	11	10	12	
总平均值(₹)	280	587	1683	299	886	
μg/g						
标准值(μ) μ <sub>g</sub> /g	285	570	1700	-	-	
相对误差( <i>RE</i> ) %	-1.70	3.01	-1.00	-	_	
重复性标准差(s <sub>r</sub> )	5.032	8.133	20.392	8.880	20.747	
μg/g						
再现性标准差(sR)	20.111	29.571	76.296	22.679	196.564	
μg/g						
重复性限(r) μg/g	14.090	22.772	57.099	24.864	58.092	
再现性限( <i>R</i> ) μg/g	56.311	82.800	213.628	63.500	550.379	
测量方法偏倚 ( <b>δ</b> ) μg/g	-4.84	17.16	-16.95	-	-	
<b>δ</b> -A • s <sub>R</sub> μg/g	-15.94	0.91	-60.82	-	-	
δ+A •s <sub>R</sub> μg/g	6.27	33.41	26.91	-	-	

表C. 15 稀土矿石样品中 Eu 量: 重复性限与再现性限及测量方法偏倚统计结果

<b>统</b> 社		水平					
统计参数	GBW07161	GBW07187	GBW07188	BST-1	尾砂		
参加实验室数(p)	12	12	12	12	12		
有效实验室数(p)	11	10	10	10	11		
总平均值(🕏)	67.5	8.51	20.1	42.3	132		
μg/g	07.5	8.31	20.1	42.3	132		
标准值(μ)	64.8	8.0	18.0	_	_		
$\mu_{ m g}/{ m g}$	04.6	8.0	18.0				
相对误差(RE)	4.19	6.42	11.79	_	_		
%	4.17	0.42	11.79				
重复性标准差(sr)	1.077	0.355	0.513	0.882	3.434		
μg/g	1.077	0.333	0.515	0.002	5.757		

表 C. 15 稀土矿石样品中 Eu 量: 重复性限与再现性限及测量方法偏倚统计结果(续)

统计参数	水平					
<b>红 月 多 奴</b>	GBW07161	GBW07187	GBW07188	BST-1	尾砂	
再现性标准差(s <sub>R</sub> )	2.924	1.223	1.843	5.418	13.936	
μg/g	2.924	1.223	1.643	3.416	13.930	
重复性限(r)	3.016	0.994	1.437	2.469	9.616	
μg/g	3.010	0.774	1.437	2.40)	7.010	
再现性限(R)	8.188	3.423	5.160	15.171	39.021	
μg/g	0.100	3.423	3.100	13.171	37.021	
测量方法偏倚 (💰)	2.72	0.51	2.12	-	_	
μg/g	2.72	0.51	2.12	_	_	
$\delta$ -A • $s_R$	1.08	-0.22	1.01	_	_	
μg/g	1.00	-0.22	1.01	-	-	
€+A • s <sub>R</sub>	4.35	1.25	3.23	_	_	
μg/g	4.33	1.43	ر2.2	-	-	

表C. 16 稀土矿石样品中 Gd 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		
(加)	GBW07161	GBW07187	GBW07188	BST-1	尾砂
参加实验室数(p)	12	12	12	12	12
有效实验室数(p)	11	11	12	11	11
总平均值(ৢৢ¯)	236	802	2190	64.2	304
μg/g	230		2170	04.2	304
标准值(µ)	226	790	2200	_	_
$\mu_{ m g}/{ m g}$	220	170	2200		
相对误差(RE)	4.22	1.48	-0.45	_	_
%	2	11.10	01.10		
重复性标准差(sr)	3.695	7.630	38.098	4.818	6.174
μg/g	3.073	7.030	30.070	1.010	0.174
再现性标准差(s <sub>R</sub> )	9.836	19.184	75.111	10.289	81.880
μg/g	7.000	19.10	73.111	10.209	81.880
重复性限(r)	10.345	21.365	106.673	13.491	17.288
μg/g	10.515	21.505	100.073	13.171	17.200
再现性限(R)	27.541	53.714	210.311	28.810	229.263
μg/g	27.311	33.711	210.311	20.010	227.203
测量方法偏倚 (💰)	9.545	11.705	-9.90	_	_
μg/g	7.575	11.705	7.70		
ô-A ∙s <sub>R</sub>	4.049	1.062	-48.07	_	_
μg/g	7.077	1.002	70.07		

表 C. 16 稀土矿石样品中 Gd 量: 重复性限与再现性限及测量方法偏倚统计结果(续)

统计参数		水平					
<b>近日                                    </b>	GBW07161	GBW07187	GBW07188	BST-1	尾砂		
€+A • s <sub>R</sub>	15.042	22.348	28.283	_	_		
μg/g	13.042	22.540	20.203	_			

表C. 17 稀土矿石样品中 Tb 量: 重复性限与再现性限及测量方法偏倚统计结果

<b>公</b> 马来		水平						
统计参数	GBW07161	GBW07187	GBW07188	BST-1	尾砂			
参加实验室数(p)	12	12	12	12	12			
有效实验室数(p)	12	11	12	12	9			
总平均值( <b>示</b> ) μg/g	34.3	159	473	9.65	26.7			
标准值(μ) μ <sub>g/g</sub>	34.6	160	470	-	-			
相对误差( <i>RE</i> ) %	-0.97	-0.71	0.57	-	-			
重复性标准差(s <sub>r</sub> ) μg/g	1.618	2.990	8.386	1.028	1.104			
再现性标准差(s <sub>R</sub> ) μg/g	3.397	9.605	21.596	5.731	5.445			
重复性限(r) µg/g	4.529	8.372	23.480	2.877	3.093			
再现性限( <i>R</i> ) μg/g	9.512	26.894	60.470	16.046	15.245			
测量方法偏倚(δ) μg/g	-0.34	-1.14	2.667	-	-			
<b>δ</b> -A • s <sub>R</sub> μg/g	-2.09	-6.60	-8.84	-	-			
<b>δ</b> +A • s <sub>R</sub> μg/g	1.416	4.330	14.174	-	-			

表C. 18 稀土矿石样品中 Dy 量: 重复性限与再现性限及测量方法偏倚统计结果

依江至粉		水平					
统计参数 	GBW07161	GBW07187	GBW07188	BST-1	尾砂		
参加实验室数(p)	12	12	12	12	12		
有效实验室数(p)	12	12	11	11	12		

表 C. 18 稀土矿石样品中 Dy 量: 重复性限与再现性限及测量方法偏倚统计结果(续)

<b>公江</b>	水平						
统计参数 	GBW07161	GBW07187	GBW07188	BST-1	尾砂		
总平均值(₹)	105	1043	2126	25.2	110		
μg/g	185	1043	3126	35.3	118		
标准值(μ)	183	1050	3200	_	_		
$\mu_{ m g}/{ m g}$	165	1030	3200				
相对误差(RE)	1.08	-0.66	-2.31	_	_		
%	1.00	-0.00	-2.51				
重复性标准差(s <sub>r</sub> )	2.857	13.199	41.181	1.473	2.725		
μg/g	2.03 /	13.177		1.175	2.725		
再现性标准差(s <sub>R</sub> )	11.466	17.802	56.320	5.900	19.297		
μg/g	111.00	17.002	.002 30.320				
重复性限(r)	7.998	36.956	115.306	4.123	7.630		
μg/g							
再现性限(R)	32.104	49.846	157.696	16.520	54.031		
μg/g							
测量方法偏倚(💰)	1.979	-6.98	-74.05	-	_		
μg/g							
ỗ-A ∙s <sub>R</sub>	-4.36	-14.70	-99.81	_	_		
μg/g		*	77.7-				
∂s+A • s <sub>R</sub>	8.31	0.743	-48.29	_	_		
μg/g	5.5 -						

表C. 19 稀土矿石样品中 Ho 量: 重复性限与再现性限及测量方法偏倚统计结果

<b>公江</b>			水平			
统计参数 	GBW07161	GBW07187	GBW07188	BST-1	尾砂	
参加实验室数(p)	12	12	12	12	12	
有效实验室数(p)	10	12	11	10	10	
总平均值(🕏)	35.1	206	580	3.91	12.4	
μg/g	33.1	200	380	3.91	12.4	
标准值(μ)	35.7	200	560	_	_	
$\mu_{ m g}/{ m g}$	33.1	200	300			
相对误差(RE)	-1.65	3.06	3.55	_	_	
%	-1.03	3.00	3.33			
重复性标准差(s <sub>r</sub> )	1.699	5.185	7.038	0.542	0.522	
μg/g	1.077	3.103	7.036	0.542	0.322	

表 C. 19 稀土矿石样品中 Ho 量: 重复性限与再现性限及测量方法偏倚统计结果(续)

统计参数	水平						
(北川 / 多) 	GBW07161	GBW07187	GBW07188	BST-1	尾砂		
再现性标准差(s <sub>R</sub> )	2.241	14.255	25.969	0.989	4.659		
μg/g	2.241	14.233	23.707	0.767	4.037		
重复性限(r)	4.757	14.519	19.706	1.518	1.461		
μg/g	4.757	14.517	15.700	1.510	1.401		
再现性限(R)	6.274	39.913	72.715	2.768	13.044		
μg/g	0.274	37.713	72.713	2.700	13.044		
测量方法偏倚 (💰)	-0.59	6.125	19.864	_	_		
μg/g	-0.37	0.123	17.804	-	-		
$\hat{\mathcal{S}}$ -A • $s_R$	-1.64	-1.53	4.945				
μg/g	-1.04	-1.55	7.743				
<b>6</b> +A • s <sub>R</sub>	0.457	13.78	34.782	_	_		
μg/g	0.437	13.76	34.762	-	-		

表C. 20 稀土矿石样品中 Er 量: 重复性限与再现性限及测量方法偏倚统计结果

<b>放江</b>			水平		
统计参数	GBW07161	GBW07187	GBW07188	BST-1	尾砂
参加实验室数(p)	12	12	12	12	12
有效实验室数(p)	11	12	12	11	11
总平均值(🕏)	104	587	1740	15.0	44.2
μg/g	104	367	1740	15.0	44.2
标准值(μ)	96	590	1700	_	_
$\mu_{ m g}/{ m g}$	70	370	1700		
相对误差(RE)	8.13	-0.56	2.35	_	_
%	0.13	-0.50	2.33		
重复性标准差(sr)	2.060	7.673	33.871	1.587	1.322
μg/g	2.000	7.075	33.071	1.507	1.322
再现性标准差(s <sub>R</sub> )	6.673	14.534	70.402	6.624	18.142
μg/g	0.072	1	701.102	0.021	10.172
重复性限(r)	5.767	21.484	94.840	4.443	3.703
μg/g	2.7.07	211.01	7		21,765
再现性限(R)	18.685	40.694	197.125	18.548	50.796
μg/g	10.000	.0.03	157.120		20.770
测量方法偏倚 (💰)	7.802	-3.33	40.021	-	-
μg/g	7.002	3.33	10.021		
$\delta$ -A • $s_R$	4.002	-10.65	3.810	_	_
μg/g	1.002	10.00	5.010		

表 C. 20 稀土矿石样品中 Er 量: 重复性限与再现性限及测量方法偏倚统计结果(续)

统计参数	水平					
<b>犯日</b>	GBW07161	GBW07187	GBW07188	BST-1	尾砂	
∂+A •s <sub>R</sub>	11.602	3.980	76.232	_	_	
μg/g	11.002	3.760	70.232	-	-	

表C. 21 稀土矿石样品中 Tm 量: 重复性限与再现性限及测量方法偏倚统计结果

かし会坐			水平		
统计参数	GBW07161	GBW07187	GBW07188	BST-1	尾砂
参加实验室数(p)	12	12	12	12	12
有效实验室数(p)	10	11	12	9	9
总平均值( <del>。</del> ̄) μg/g	11.4	71.6	256	0.63	1.58
标准值(μ) μg/g	13.2	72.0	270	-	_
相对误差( <i>RE</i> ) %	-13.54	-0.56	-5.32	-	-
重复性标准差(s <sub>r</sub> ) μg/g	0.479	1.051	5.177	0.064	0.080
再现性标准差(s <sub>R</sub> ) μg/g	1.288	6.765	13.212	0.480	0.296
重复性限(r) μg/g	1.341	2.944	14.495	0.179	0.224
再现性限(R) μg/g	3.606	18.942	36.994	1.343	0.828
测量方法偏倚( <b>δ</b> ) μg/g	-1.79	-0.40	-14.35	-	-
<b>δ</b> -A •s <sub>R</sub> μg/g	-2.54	-4.37	-21.39	-	-
δ+A • s <sub>R</sub> μg/g	-1.03	3.557	-7.32	-	-

表C. 22 稀土矿石样品中 Yb 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					
	GBW07161	GBW07187	GBW07188	BST-1	尾砂	
参加实验室数(p)	12	12	12	12	12	
有效实验室数(p)	12	12	11	11	11	

表 C. 22 稀土矿石样品中 Yb 量: 重复性限与再现性限及测量方法偏倚统计结果(续)

<b>公江</b>	水平						
统计参数	GBW07161	GBW07187	GBW07188	BST-1	尾砂		
总平均值( <b>示</b> ) μg/g	88.3	444	1768	4.77	9.79		
标准值(μ) μg/g	87.8	450	1800	_	_		
相对误差( <i>RE</i> ) %	0.59	-1.37	-1.77	-	-		
重复性标准差(s <sub>r</sub> ) μg/g	0.926	6.705	22.084	0.278	0.220		
再现性标准差(s <sub>R</sub> ) μg/g	3.810	11.955	78.529	1.495	1.375		
重复性限(r) μg/g	2.593	18.773	61.835	0.779	0.616		
再现性限( <i>R</i> ) μg/g	10.667	33.475	219.882	4.185	3.850		
测量方法偏倚(δ) μg/g	0.52	-6.15	-31.92	-	-		
<b>&amp;</b> -A ∙s <sub>R</sub> µg/g	-1.59	-12.07	-76.93	-	-		
δ+A • s <sub>R</sub> μg/g	2.63	-0.24	13.09	-	-		

表C. 23 稀土矿石样品中 Lu 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					
(九月 / 多	GBW07161	GBW07187	GBW07188	BST-1	尾砂		
参加实验室数(p)	12	12	12	12	12		
有效实验室数(p)	12	11	10	11	11		
总平均值(🕏)	12.8	58.7	241	1.54	2.60		
μg/g	12.8	36.7	241	1.34	2.00		
标准值(μ)	11.9	57.0	260				
$\mu_{ m g}/{ m g}$	11.9	37.0	200				
相对误差(RE)	7.25	3.05	-7.45	_			
%	7.23	3.03	-7.43				
重复性标准差(sr)	0.318	1.002	3.714	0.278	0.103		
μg/g	0.318	1.002	3.714	0.278	0.103		
再现性标准差(s <sub>R</sub> )	1.205	2.759	6.101	1 157	2.025		
μg/g	1.205	2.758	0.101	1.157	2.035		

表 C. 23 稀土矿石样品中 Lu 量: 重复性限与再现性限及测量方法偏倚统计结果(续)

统计参数	水平					
	GBW07161	GBW07187	GBW07188	BST-1	尾砂	
重复性限(r)	0.889	2.804	10.398	0.780	0.288	
μg/g						
再现性限(R)	3.373	7.723	17.083	3.240	5.698	
μg/g						
测量方法偏倚 (💰)	0.86	1.74	-19.38	-	-	
μg/g						
$\delta$ -A • $s_R$	0.20	0.19	-22.59	-	-	
μg/g						
$\delta +A \cdot s_R$	1.53	3.29	-16.16	-	-	
μg/g						

表C. 24 稀土矿石样品中 Y 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					
	GBW07161	GBW07187	GBW07188	BST-1	尾砂	
参加实验室数(p)	12	12	12	12	12	
有效实验室数(p)	11	11	12	11	12	
总平均值(₹)	1011	6729	17045	78.2	243.1	
μg/g						
标准值(μ)	976	6300	17000	-	-	
$\mu_{ m g}/{ m g}$						
相对误差(RE)	3.59	6.81	0.26	-	-	
%						
重复性标准差(s <sub>r</sub> )	9.57	68.48	231.25	1.78	4.47	
μg/g						
再现性标准差(s <sub>R</sub> )	28.06	153.43	669.10	11.67	19.78	
μg/g						
重复性限(r)	26.5	189.8	641.0	4.9	12.4	
μg/g						
再现性限( <i>R</i> )	77.8	425.3	1854.7	32.4	54.8	
μg/g						
测量方法偏倚 (💰)	34.6	428.9	45.42	78.2	243.1	
μg/g						
ỗ-A ∙s <sub>R</sub>	18.0	345.3	-315.81	71.4	3.1	
μg/g						
$\delta + A \cdot s_R$	51.2	512.5	406.64	85.1	254.1	
μg/g						

## 参 考 文 献

【1】 岩石矿物分析编委会. 岩石矿物分析[M]. 第三分册, 第四版. 北京: 地质出版社, 2011. 1.