



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 14506.32—2019

## 硅酸盐岩石化学分析方法 第 32 部分：三氧化二铝等 20 个 成分量测定 混合酸分解-电感耦合 等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of silicate rocks—  
Part 32: Determination of 20 components including aluminium  
oxide etc.—Mixed acid digestion-inductively coupled plasma  
atomic emission spectrometry

2019-10-18 发布

2020-05-01 实施

国家市场监督管理总局 发布  
中国国家标准化管理委员会

目 次

前言 ..... I

1 范围 ..... 1

2 规范性引用文件 ..... 1

3 原理 ..... 2

4 试验条件 ..... 2

5 试剂或材料 ..... 2

6 仪器设备 ..... 3

7 样品 ..... 4

8 试验步骤 ..... 4

    8.1 样品分解 ..... 4

    8.2 空白试验 ..... 4

    8.3 验证试验 ..... 4

    8.4 平行试验 ..... 4

    8.5 测定 ..... 4

9 试验数据处理 ..... 5

    9.1 结果计算方法 ..... 5

    9.2 结果干扰校正 ..... 5

10 精密度..... 5

11 正确度..... 6

12 质量保证和控制..... 7

附录 A（资料性附录） 标准储备溶液的配制 ..... 8

附录 B（资料性附录） 仪器参考工作条件 ..... 11

附录 C（资料性附录） 实验室间准确度协作试验数据统计结果 ..... 12

参考文献 ..... 23

## 前 言

GB/T 14506《硅酸盐岩石化学分析方法》由以下 34 部分组成：

- 第 1 部分：吸附水量测定；
- 第 2 部分：化合水量测定；
- 第 3 部分：二氧化硅量测定；
- 第 4 部分：三氧化二铝量测定；
- 第 5 部分：总铁量测定；
- 第 6 部分：氧化钙量测定；
- 第 7 部分：氧化镁量测定；
- 第 8 部分：二氧化钛量测定；
- 第 9 部分：五氧化二磷量测定；
- 第 10 部分：氧化锰量测定；
- 第 11 部分：氧化钾和氧化钠量测定；
- 第 12 部分：氟量测定；
- 第 13 部分：硫量测定；
- 第 14 部分：氧化亚铁量测定；
- 第 15 部分：锂量测定；
- 第 16 部分：铷量测定；
- 第 17 部分：铯量测定；
- 第 18 部分：铜量测定；
- 第 19 部分：铅量测定；
- 第 20 部分：锌量测定；
- 第 21 部分：镍和钴量测定；
- 第 22 部分：钒量测定；
- 第 23 部分：铬量测定；
- 第 24 部分：镉量测定；
- 第 25 部分：钼和钨量测定；
- 第 26 部分：钽量测定；
- 第 27 部分：镍量测定；
- 第 28 部分：16 个主次成分量测定；
- 第 29 部分：稀土等 22 个元素量测定；
- 第 30 部分：44 个元素量测定；
- 第 31 部分：二氧化硅等 12 个成分量测定 偏硼酸锂熔融-电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 32 部分：三氧化二铝等 20 个成分量测定 混合酸分解-电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 33 部分：砷、锑、铋、汞量测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 34 部分：烧失量的测定 重量法。

本部分为 GB/T 14506 的第 32 部分。

**GB/T 14506.32—2019**

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由中华人民共和国自然资源部提出。

本部分由全国国土资源标准化技术委员会(SAC/TC 93)归口。

本部分起草单位:国家地质实验测试中心。

本部分主要起草人:孙德忠、王苏明、王亚平、许春雪、安子怡、陈宗定。

硅酸盐岩石化学分析方法  
第 32 部分：三氧化二铝等 20 个  
成分量测定 混合酸分解-电感耦合  
等离子体原子发射光谱法

警示——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 14506 的本部分规定了混合酸分解-电感耦合等离子体原子发射光谱法测定硅酸盐岩石中三氧化二铝、氧化钙、全铁(以三氧化二铁计)、氧化钾、氧化镁、氧化锰、氧化钠、五氧化二磷、二氧化钛、钡、铍、钴、铜、锂、镍、铅、钪、锶、钒和锌量。

本部分适用于硅酸盐岩石中三氧化二铝、氧化钙、全铁(以三氧化二铁计)、氧化钾、氧化镁、氧化锰、氧化钠、五氧化二磷、二氧化钛、钡、铍、钴、铜、锂、镍、铅、钪、锶、钒和锌量的混合酸分解-电感耦合等离子体原子发射光谱法测定,也适用于土壤、沉积物样品中上述成分量的测定。

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 %

成分	方法检出限	测定范围	成分	方法检出限	测定范围
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.002	0.007~23	Be <sup>a</sup>	0.007	0.02~1 000
CaO	0.003	0.01~35	Co <sup>a</sup>	0.3	1~2 000
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.004	0.01~35	Cu <sup>a</sup>	1	3~5 000
K <sub>2</sub> O	0.003	0.01~10	Li <sup>a</sup>	0.1	0.3~1 000
MgO	0.005	0.02~25	Ni <sup>a</sup>	0.4	1~1 000
MnO	0.000 03	0.000 1~1	Pb <sup>a</sup>	2	7~1 000
Na <sub>2</sub> O	0.004	0.01~14	Sc <sup>a</sup>	0.03	0.1~1 000
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.007	0.02~10	Sr <sup>a</sup>	0.6	2~2 000
TiO <sub>2</sub>	0.000 3	0.001~10	V <sup>a</sup>	1	3~1 000
Ba <sup>a</sup>	0.6	2~5 000	Zn <sup>a</sup>	4	10~1 000
<sup>a</sup> 该成分的含量范围单位为微克每克(μg/g)。					

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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

GB/T 14506.1 硅酸盐岩石化学分析方法 第1部分:吸附水量测定

JJG 768 发射光谱仪检定规程

### 3 原理

样品经盐酸、硝酸、氢氟酸、高氯酸分解, Si 生成  $\text{SiF}_4$  挥发而去除, 样品中的其他被测元素则被溶解成离子。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的待测成分的量。

### 4 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。

### 5 试剂或材料

**警示——氢氟酸有毒并有腐蚀性, 操作时应戴防腐手套, 防止与皮肤接触; 高氯酸为易爆品, 使用时小心!**

本部分除非另有说明, 在分析中均使用确认为优级纯的试剂。

5.1 水, GB/T 6682, 一级。

5.2 硝酸( $\rho=1.42 \text{ g/mL}$ )。

5.3 盐酸( $\rho=1.19 \text{ g/mL}$ )。

5.4 氢氟酸( $\rho=1.13 \text{ g/mL}$ )。

5.5 高氯酸( $\rho=1.68 \text{ g/mL}$ )。

5.6 硝酸溶液(1+1)。

5.7 盐酸溶液(1+1)。

5.8 王水: 取 3 份盐酸(5.3)与 1 份硝酸(5.2)混合, 现用现配。

5.9 王水溶液(1+9)。

5.10 王水溶液(5+95)。

5.11 单元素标准储备溶液: 具体配制参见附录 A。也可使用市售有证单元素标准溶液。

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溶液。也可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的元素组合、质量浓度和介质见表 2。

表 2 校准溶液的元素组合、质量浓度和介质

校准溶液编号	元素组合	元素质量浓度 $\mu\text{g/mL}$	溶液介质
校准溶液 1	Mn, Sr, Ba, Cu, Pb, Zn, Co, Ni, Li, Be, Sc, V	0.5	王水溶液 (5.9)
	P	2.0	
校准溶液 2	Mn, Sr, Ba, Cu, Pb, Zn, Co, Ni, Li, Be, Sc, V	2.5	王水溶液 (5.9)
	P	10.0	
校准溶液 3	Mn, Sr, Ba, Cu, Pb, Zn, Co, Ni, Li, Be, Sc, V	5.0	王水溶液 (5.9)
	P	50.0	
校准溶液 4	Mn, Sr, Ba, Cu, Pb, Zn, Co, Ni, Li, Be, Sc, V	10.0	王水溶液 (5.9)
	P	100	
校准溶液 5	Mn Sr Ba Cu Co	50.0	王水溶液 (5.9)
	P	500	
校准溶液 6	Fe, Al, Ca, Mg, K, Na, Ti	10.0	王水溶液 (5.9)
校准溶液 7	Fe, Al, Ca, Mg, K, Na, Ti	50.0	王水溶液 (5.9)
校准溶液 8	Fe, Al, Ca, Mg, K, Na, Ti	100	王水溶液 (5.9)
校准溶液 9	Fe, Al, Ca, Mg, K, Na, Ti	500	王水溶液 (5.9)
校准溶液 10	Fe, Al, Ca	1 000	王水溶液 (5.9)
校准溶液 11	Mg, Na	1 000	王水溶液 (5.9)
注 1: 校准溶液元素质量浓度可以根据测定溶液的元素含量进行调整。 注 2: 配制质量浓度为 100 $\mu\text{g/mL}$ 及以上的校准溶液, 0 $^{\circ}\text{C}$ ~ 5 $^{\circ}\text{C}$ 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 $^{\circ}\text{C}$ ~ 5 $^{\circ}\text{C}$ 下避光密闭保存, 有效期 1 个月。			

5.13 氩气:  $\varphi(\text{Ar}) \geq 99.996\%$ 。

## 6 仪器设备

6.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

6.2 分析天平: 感量 0.1 mg。

6.3 多孔控温电热板: 最高温度  $\geq 210$   $^{\circ}\text{C}$ , 控温精度  $\pm 5$   $^{\circ}\text{C}$ 。

6.4 试验所用仪器设备经过检定或校准合格, 并在有效期内。

## 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  $74\ \mu\text{m}$ 。

7.2 样品应在  $105\ ^\circ\text{C}$  预干燥  $2\ \text{h}\sim 4\ \text{h}$ ,置于干燥器中,冷却至室温。

7.3 对易吸水的岩石,应取常温干燥样品,在称样的同时,按 GB/T 14506.1 进行吸附水量的测定,以干态报出计算结果。

7.4 称取  $0.1\ \text{g}$  样品,精确至  $0.1\ \text{mg}$ ,此为试验用样品。

## 8 试验步骤

### 8.1 样品分解



8.1.1 将试验用样品(7.4)置于聚四氟乙烯坩埚中。用几滴水湿润后,加入  $3\ \text{mL}$  盐酸(5.3)和  $2\ \text{mL}$  硝酸(5.2),盖上坩埚盖后,将坩埚置于多孔控温电热板(6.3)上,于  $110\ ^\circ\text{C}$  加热  $1\ \text{h}$ 。取下坩埚盖,加入  $3\ \text{mL}$  氢氟酸(5.4)及  $1\ \text{mL}$  高氯酸(5.5),盖上坩埚盖, $110\ ^\circ\text{C}$  加热  $2\ \text{h}$  后升温至  $130\ ^\circ\text{C}$  再加热  $2\ \text{h}$ ,取下坩埚盖,升温至约  $200\ ^\circ\text{C}$  蒸至坩埚内溶液近干。用王水溶液(5.9)吹洗坩埚壁,再放在电热板上蒸干,重复操作此步骤两次,直至高氯酸烟冒尽,冷却。

8.1.2 加入  $1.5\ \text{mL}$  盐酸溶液(5.7),温热溶解盐类,取下,再加入  $0.5\ \text{mL}$  硝酸溶液(5.6),冷却至室温,定容至  $10\ \text{mL}$  塑料器皿中,摇匀备测,此为样品溶液。

注:为了避免玻璃器皿可能造成锌污染,请用塑料器皿盛装样品溶液。

### 8.2 空白试验

随同样品进行双份空白试验,空白试验应与样品试验同时进行,采用相同的试验步骤,所用试剂应取自同一瓶试剂,加入同等的量。

### 8.3 验证试验

随同样品进行验证试验,验证试验与样品试验同时进行,采用相同的试验步骤,用和样品基体相似、含量相近的国家标准物质作为验证试验用样品。

### 8.4 平行试验

随同样品进行平行试验,平行试验与样品试验同时进行,采用相同的试验步骤。

### 8.5 测定

8.5.1 启动仪器并调节至最佳工作状态(参见表 B.1),仪器启动后至少稳定  $30\ \text{min}$ 。

8.5.2 建立分析方法,选择元素和波长(参见表 B.2),编制样品分析表。

8.5.3 求干扰系数:测定干扰元素的单元素标准溶液,求干扰校正系数  $k$ ,输入仪器分析方法表中。

8.5.4 校准曲线绘制:以王水溶液(5.9)为校准空白零点,用多个浓度水平的多元素混合校准溶液(5.12)建立校准曲线。校准曲线每点数据采集至少  $3$  次,取平均值。

8.5.5 测定每批样品溶液时,同时测定空白试验(8.2)、验证试验(8.3)和平行试验(8.4)溶液。

8.5.6 每次测定间隔用王水溶液(5.10)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  $i$  的含量以质量分数  $w_i$  计,数值以百分数(%)表示时,按式(1)计算:

$$w_i = \frac{(\rho_i - \rho_{i0})V}{m \times 10\,000} \quad \dots\dots\dots (1)$$

数值以微克每克( $\mu\text{g/g}$ )为单位表示时,按式(2)计算:

$$w_i = \frac{(\rho_i - \rho_{i0})V}{m} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式(1)和式(2)中:

$\rho_i$  ——样品溶液中待测元素质量浓度的数值,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$\rho_{i0}$  ——空白试验溶液(8.2)中待测元素质量浓度的数值,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$V$  ——样品溶液体积的数值,单位为毫升( $\text{mL}$ );

$m$  ——试验用样品的质量的数值,单位为克( $\text{g}$ )。

### 9.2 结果干扰校正

干扰校正系数  $k$  按式(3)计算:

$$k = \frac{\rho_{\text{eq}}}{\rho_{\text{in}}} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$\rho_{\text{eq}}$  ——干扰元素标准溶液测得的相当待测元素的等效质量浓度的数值,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$\rho_{\text{in}}$  ——干扰元素标准溶液的已知质量浓度的数值,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ )。

被分析元素的真实质量浓度  $\rho_{\text{tr}}$  按式(4)式计算:

$$\rho_{\text{tr}} = \rho_{\text{gr}} - \sum_{j=1}^n k_{ij} \rho_{\text{sin}} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

$\rho_{\text{tr}}$  ——扣除干扰后的样品溶液待测元素真实质量浓度的数值,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$\rho_{\text{gr}}$  ——样品溶液中待测元素存在被干扰时测得的总质量浓度的数值,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$k_{ij}$  ——干扰元素  $j$  对待测元素  $i$  的干扰校正系数;

$\rho_{\text{sin}}$  ——样品溶液中干扰元素的实测质量浓度的数值,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ )。

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

将 Al、Ca、Fe、K、Mg、Mn、Na、P、Ti 等元素含量数值分别乘以相应的换算系数以氧化物的形式表示其质量分数。

Al、Ca、Fe、K、Mg、Mn、Na、P、Ti 换算为其对应的氧化物系数为:Al $\rightarrow$ Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 1.889 5;Ca $\rightarrow$ CaO 1.399 2;Fe $\rightarrow$ Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 1.429 7;K $\rightarrow$ K<sub>2</sub>O 1.204 6;Mg $\rightarrow$ MgO 1.658 3;Mn $\rightarrow$ MnO 1.291 2;Na $\rightarrow$ Na<sub>2</sub>O 1.348 0;P $\rightarrow$ P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 2.291 4;Ti $\rightarrow$ TiO<sub>2</sub> 1.668 0。

## 10 精密度

10.1 按 GB/T 6379.2 规定的方法,得到混合酸分解-电感耦合等离子体原子发射光谱测定硅酸盐岩石中三氧化二铝等 20 个成分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。

10.2 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。

10.3 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 方法精密度

%

成分	水平范围 $m^a$	重复性限 $r$	再现性限 $R$
$\text{Al}_2\text{O}_3$	7.79~17.72	$r=0.104+0.018\ 7\ m$	$R=0.077\ 8\ m^{0.759\ 1}$
$\text{CaO}$	0.60~9.85	$r=0.067\ 9\ m^{0.684\ 4}$	$R=0.089\ 9\ m^{0.755\ 7}$
$\text{TFe}_2\text{O}_3$	2.40~24.48	$r=0.055\ 1\ m^{0.672\ 6}$	$R=0.146\ 2\ m^{0.598\ 4}$
$\text{K}_2\text{O}$	0.14~7.43	$r=0.052\ 3\ m^{0.786\ 1}$	$R=0.071\ 5\ m^{0.770\ 9}$
$\text{MgO}$	0.16~7.74	$r=0.048\ 6\ m^{0.704\ 0}$	$R=0.091\ 6\ m^{0.566\ 8}$
$\text{MnO}$	0.07~0.19	$r=0.042\ 4\ m$	$R=0.030\ 8\ m^{0.381\ 8}$
$\text{Na}_2\text{O}$	1.38~7.10	$r=0.059\ 1\ m^{0.661\ 6}$	$R=0.095\ 3\ m^{0.751\ 5}$
$\text{P}_2\text{O}_5$	0.029~0.96	$r=0.003\ 1+0.033\ 1\ m$	$R=0.012\ 2+0.076\ 6\ m$
$\text{TiO}_2$	0.28~7.64	$r=0.006\ 8+0.033\ 4\ m$	$R=0.035\ 9+0.056\ m$
$\text{Ba}^b$	79.0~1\ 902	$r=7.48+0.025\ 2\ m$	$R=1.093\ m^{0.669\ 5}$
$\text{Be}^b$	0.98~16.9	$r=0.047\ 2+0.039\ 9\ m$	$R=0.302\ m^{0.927\ 3}$
$\text{Co}^b$	3.0~100.3	$r=0.147\ 3\ m^{0.772\ 7}$	$R=0.607+0.237\ m$
$\text{Cu}^b$	7.96~48.0	$r=0.173\ 4\ m^{0.824\ 2}$	$R=0.309+0.250\ 3\ m$
$\text{Li}^b$	1.8~34.6	$r=0.209\ 3\ m^{0.689\ 4}$	$R=0.562\ 5\ m^{0.696\ 7}$
$\text{Ni}^b$	2.3~136.7	$r=0.129\ 5\ m^{0.930\ 8}$	$R=1.115\ m^{0.648\ 2}$
$\text{Pb}^b$	18.7~196	$r=0.275+0.071\ 8\ m$	$R=2.891+0.199\ 9\ m$
$\text{Sc}^b$	2.04~23.2	$r=0.083+0.064\ 8\ m$	$R=0.57+0.176\ 8\ m$
$\text{Sr}^b$	41.1~1\ 216	$r=0.169\ 2\ m^{0.789\ 9}$	$R=0.336\ 8\ m^{0.840\ 2}$
$\text{V}^b$	3.5~762.2	$r=0.348+0.048\ 1\ m$	$R=0.674+0.151\ 6\ m$
$\text{Zn}^b$	78.7~151.9	$r=0.225\ 1\ m^{0.715\ 6}$	$R=0.226\ 2\ m^{0.979\ 7}$
注:精密度数据是依据 GB/T 6379.2,由 9 家实验室对 6 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。			
<sup>a</sup> 测定结果的平均值。			
<sup>b</sup> 该成分的含量单位为微克每克( $\mu\text{g/g}$ )。			

## 11 正确度

按 GB/T 6379.4 规定的方法,得到混合酸分解-电感耦合等离子体原子发射光谱测定硅酸盐岩石中三氧化二铝等 20 个成分量的方法正确度数据参见附录 C 相关部分。

## 12 质量保证和控制

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

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检查,以避免杂质影响标准的准确度。新配制的校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。

12.3 试验用样品最小称样量为 0.1 g,最小稀释体积为 10 mL,在样品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溶液的基体效应。

12.4 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。

12.5 校准曲线一次拟合的相关系数  $r \geq 0.999$ 。

12.6 重复性条件下,两次测定结果的绝对差应小于表 3 给出的重复性限  $r$ ;再现性条件下,不同实验室的单次测定结果的绝对差应小于表 3 给出的再现性限  $R$ 。否则应查找原因,纠正错误后,重新进行试验分析。



附 录 A  
(资料性附录)  
标准储备溶液的配制

**A.1 铝标准储备溶液**[ $\rho(\text{Al}) = 10.000 \text{ mg/mL}$ ]

准确称取 1.000 0 g 金属铝(Al, 纯度 99.99%), 置于烧杯中, 盖上表面皿, 沿杯壁加入 20 mL 盐酸溶液(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.2 钙标准储备溶液**[ $\rho(\text{Ca}) = 10.000 \text{ mg/mL}$ ]

准确称取 2.498 0 g 经 200 °C  $\pm$  10 °C 干燥 4 h 的碳酸钙纯度标准物质 GBW(E)060080( $\text{CaCO}_3$ , 纯度 99.97%), 置于烧杯中, 加入 20 mL 水, 再加入 2 mL 硝酸溶液(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.3 铁标准储备溶液**[ $\rho(\text{Fe}) = 10.000 \text{ mg/mL}$ ]

准确称取 1.000 0 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 盐酸溶液(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.4 钾标准储备溶液**[ $\rho(\text{K}) = 2.000 \text{ mg/mL}$ ]

准确称取 0.381 4 g 氯化钾基准试剂(KCl, 纯度 99.98%~100.02%, 预先在 400 °C~500 °C 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 20 mL 盐酸溶液(1+1), 移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

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

准确称取 1.658 3 g 经 750 °C 灼烧 2 h 的氧化镁纯度标准物质 GBW(E)060317( $\text{MgO}$ , 纯度 99.95%), 于烧杯中, 盖上表面皿, 沿杯壁加入 20 mL 盐酸溶液(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.6 锰标准储备溶液**[ $\rho(\text{Mn}) = 1.000 \text{ mg/mL}$ ]

准确称取 0.347 1 g 高纯四氧化三锰( $\text{Mn}_3\text{O}_4$ , 纯度 99.99%), 置于烧杯中, 加入 25 mL 浓盐酸, 加热至溶解。冷却后移入 250 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

**A.7 钠标准储备溶液**[ $\rho(\text{Na}) = 2.000 \text{ mg/mL}$ ]

准确称取 0.461 0 g 经 270 °C  $\pm$  10 °C 干燥 4 h 的碳酸钠纯度标准物质 GBW06101c( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , 纯度 99.982%), 溶于少量水后, 加入 20 mL 盐酸溶液(1+1), 移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

**A.8 磷标准储备溶液** $[\rho(\text{P}) = 1.000 \text{ mg/mL}]$ 

准确称取 0.439 4 g 经 105 °C 干燥至恒重的高纯(GR)磷酸二氢钾( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ , 纯度 99.99%), 加水溶解后, 加入 20 mL 盐酸溶液(1+1), 移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

**A.9 钛标准储备溶液** $[\rho(\text{Ti}) = 1.000 \text{ mg/mL}]$ 

准确称取 0.500 0 g 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。

**A.10 钡标准储备溶液** $[\rho(\text{Ba}) = 1.000 \text{ mg/mL}]$ 

准确称取 0.143 7 g 经 105 °C 干燥 2 h 的高纯碳酸钡( $\text{BaCO}_3$ , 纯度 99.95%), 置于烧杯中, 少量水润湿, 加入 10 mL 盐酸溶液(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.11 铍标准储备溶液** $[\rho(\text{Be}) = 1.000 \text{ mg/mL}]$ 

准确称取 0.100 0 g 经 120 °C 干燥 2 h 后的高纯金属铍(Be, 纯度 99.95%), 置于 30 mL 聚四氟乙烯坩埚中, 加入 5 mL 氢氟酸和 2 mL 硫酸, 加热溶解后, 蒸至白烟冒尽, 冷却, 加入 20 mL 盐酸溶液(1+1)溶解清亮后, 移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

**A.12 钴标准储备溶液** $[\rho(\text{Co}) = 1.000 \text{ mg/mL}]$ 

准确称取 0.140 7 g 高纯三氧化二钴( $\text{Co}_2\text{O}_3$ , 纯度 99.95%), 置于烧杯中, 加入 40 mL 盐酸溶液(1+1), 低温加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

**A.13 铜标准储备溶液** $[\rho(\text{Cu}) = 1.000 \text{ mg/mL}]$ 

准确称取 0.100 0 g 电解铜(Cu, 纯度 99.99%), 置于烧杯中, 加入 10 mL 硝酸溶液(1+1), 微加热使 Cu 完全溶解后, 加入适量水及 10 mL 硝酸溶液(1+1)。冷却后移入 100 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 分钟, 取出用蒸馏水冲洗干净, 干燥后称样。

**A.14 锂标准储备溶液** $[\rho(\text{Li}) = 1.000 \text{ mg/mL}]$ 

准确称取 0.532 4 g 经 105 °C 干燥的高纯碳酸锂( $\text{Li}_2\text{CO}_3$ , 纯度 99.95%), 置于烧杯中, 加入 5 mL 水润湿, 盖上表面皿, 缓慢滴加 20 mL 硝酸溶液(1+1), 低温加热至全部溶解, 煮沸赶  $\text{CO}_2$ 。冷却后移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

**A.15 镍标准储备溶液** $[\rho(\text{Ni}) = 1.000 \text{ mg/mL}]$ 

准确称取 0.140 9 g 高纯三氧化二镍( $\text{Ni}_2\text{O}_3$ , 纯度 99.95%), 置于烧杯中, 加入 20 mL 盐酸溶液

(1+1),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.16 铅标准储备溶液[ $\rho(\text{Pb}) = 1.000 \text{ mg/mL}$ ]**

准确称取 0.107 7 g 高纯氧化铅( $\text{PbO}$ ,纯度 99.95%),置于烧杯中,加入 20 mL 硝酸,低温加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

**A.17 钪标准储备溶液[ $\rho(\text{Sc}) = 1.000 \text{ mg/mL}$ ]**

准确称取 0.153 4 g 经 800 °C 灼烧 1 h 的高纯三氧化二钪( $\text{Sc}_2\text{O}_3$ ,纯度 99.99%),置于烧杯中,少量水润湿,加入 10 mL 盐酸溶液(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.18 锶标准储备溶液[ $\rho(\text{Sr}) = 1.000 \text{ mg/mL}$ ]**

准确称取 0.118 3 g 经 120 °C 干燥 2 h 的高纯氧化锶( $\text{SrO}$ ,纯度 99.95%),置于烧杯中,少量水润湿,加入 20 mL 盐酸溶液(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.19 钒标准储备溶液[ $\rho(\text{V}) = 1.000 \text{ mg/mL}$ ]**

准确称取 0.100 0 g 高纯金属钒( $\text{V}$ ,纯度 99.99%),置于烧杯中,加入 40 mL 硝酸溶液(1+1),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.20 锌标准储备溶液[ $\rho(\text{Zn}) = 5.000 \text{ mg/mL}$ ]**

准确称取 0.622 5 g 经 800 °C 灼烧 1 h 的氧化锌纯度标准物质 GBW(E)060310( $\text{ZnO}$ ,纯度 99.96%),置于烧杯中,用水润湿。加入 40 mL 硝酸溶液(1+1),低温加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

附 录 B  
(资料性附录)  
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、级次、扣背景位置和干扰校正系数见表 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	仪器参数	设定值
ICP 功率/W	1 150	雾化器类型	玻璃同心雾化器
冷却气流量/(L/min)	15.0	短波曝光时间/s	20
辅助气流量/(L/min)	0.5	长波曝光时间/s	10
雾化气压力/kPa	193		

表 B.2 分析谱线波长、级次、扣背景位置和干扰校正系数

元素	波长/nm	级次	扣背景位置		干扰校正系数 <i>k</i>
			左	右	
Al	237.312	141	×	12	—
Ca	183.801	182	1	14	—
	210.324	160	1	×	—
Fe	217.809	154	1	×	—
	240.488	140	1	14	—
K	766.490	44	1	14	—
Mg	293.654	114	×	14	—
	383.826	87	×	14	—
Mn	257.610	131	2	12	—
Na	589.592	57	1	14	—
P	213.618	157	3	×	—0.000 12(Fe)
Ti	283.216	118	1	×	—
Ba	455.403	74	2	14	—
Be	234.861	143	×	14	—
Co	228.616	147	1	14	0.001 3(Ti)
Cu	324.754	103	4	×	—0.000 11(Ti), 0.000 003 2(Al)
Li	670.784	050	3	12	0.000 085(Ti)
Ni	231.604	145	4	×	—0.000 1(Fe), 0.000 014(Al)
Pb	220.353	152	3	12	—0.000 1(Al), —0.000 45(Ti)
Sc	361.384	93	×	13	—
Sr	346.446	97	1	14	—
V	310.230	108	3	×	—0.000 08(Al), —0.000 06(Ti)
Zn	213.856	157	1	×	—
注：“×”代表不扣除背景。					

## 附 录 C

### (资料性附录)

#### 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~表 C.20。

表 C.1 硅酸盐岩石样品中三氧化二铝量: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					
	GBW07105	GBW07109	GBW07111	GBW07112	GBW07113	GBW07475
参加实验室数( $p$ )	9	9	9	9	9	9
可接受结果的实验室数( $P$ )	9	8	9	9	9	9
总平均值( $\bar{y}$ )/%	13.93	17.72	16.63	14.27	13.06	7.79
标准值( $\mu$ )/%	13.83	17.72	16.56	14.14	12.96	7.86
重复性标准差( $S_r$ )/%	0.105	0.155	0.151	0.094	0.179	0.084
重复性变异系数/%	0.76	0.87	0.91	0.66	1.37	1.08
重复性限( $r$ )/%	0.30	0.44	0.43	0.27	0.51	0.24
再现性标准差( $S_R$ )/%	0.179	0.212	0.197	0.299	0.232	0.116
再现性变异系数/%	1.28	1.19	1.18	2.09	1.77	1.50
再现性限( $R$ )/%	0.51	0.60	0.56	0.84	0.66	0.33
测量方法偏倚( $\delta$ )/%	0.101	0.004	0.072	0.126	0.098	-0.075
$(\delta - AS_R^a)$ /%	-0.021	-0.144	-0.066	-0.071	-0.064	-0.156
$(\delta + AS_R^a)$ /%	0.223	0.151	0.209	0.324	0.260	0.006
相对误差(RE)/%	0.73	0.02	0.43	0.89	0.76	-0.95
<sup>a</sup> $AS_R$ 为测量方法偏倚的 95%置信区间。						

表 C.2 硅酸盐岩石样品中氧化钙量: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					
	GBW07105	GBW07109	GBW07111	GBW07112	GBW07113	GBW07475
参加实验室数( $p$ )	9	9	9	9	9	9
可接受结果的实验室数( $P$ )	9	9	9	8	7	9
总平均值( $\bar{y}$ )/%	8.79	1.40	4.73	9.85	0.614	9.61
标准值( $\mu$ )/%	8.81	1.39	4.72	9.86	0.59	9.66
重复性标准差( $S_r$ )/%	0.065	0.041	0.049	0.152	0.016	0.162
重复性变异系数/%	0.74	2.91	1.03	1.54	2.53	1.68
重复性限( $r$ )/%	0.18	0.12	0.14	0.43	0.044	0.46
再现性标准差( $S_R$ )/%	0.140	0.048	0.128	0.155	0.019	0.193
再现性变异系数/%	1.59	3.44	2.71	1.58	3.04	2.00
再现性限( $R$ )/%	0.40	0.14	0.36	0.44	0.053	0.54



表 C.2 (续)

统计参数	水平					
	GBW07105	GBW07109	GBW07111	GBW07112	GBW07113	GBW07475
测量方法偏倚( $\delta$ )/%	−0.025	0.012	0.01	−0.012	0.024	−0.054
( $\delta-AS_R^a$ )/%	−0.119	−0.022	−0.076	−0.125	0.011	−0.19
( $\delta+AS_R^a$ )/%	0.069	0.046	0.095	0.1	0.037	0.083
相对误差(RE)/%	−0.28	0.86	0.21	−0.12	4.07	−0.56
<sup>a</sup> $AS_R$ 为测量方法偏倚的 95%置信区间。						

表 C.3 硅酸盐岩石样品中三氧化二铁量: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					
	GBW07105	GBW07109	GBW07111	GBW07112	GBW07113	GBW07475
参加实验室数( $p$ )	9	9	9	9	9	9
可接受结果的实验室数( $P$ )	9	9	9	9	8	9
总平均值( $\bar{y}$ )/%	13.40	7.47	6.13	24.48	3.22	2.40
标准值( $\mu$ )/%	13.40	7.41	6.06	24.75	3.21	2.37
重复性标准差( $S_r$ )/%	0.132	0.086	0.066	0.135	0.053	0.026
重复性变异系数/%	0.99	1.15	1.07	0.55	1.66	1.08
重复性限( $r$ )/%	0.374	0.242	0.186	0.383	0.151	0.073
再现性标准差( $S_R$ )/%	0.224	0.184	0.230	0.322	0.071	0.094
再现性变异系数/%	1.67	2.46	3.75	1.32	2.22	3.93
再现性限( $R$ )/%	0.634	0.520	0.650	0.910	0.202	0.266
测量方法偏倚( $\delta$ )/%	0.002	0.057	0.072	−0.273	0.007	0.027
( $\delta-AS_R^a$ )/%	−0.151	−0.066	−0.079	−0.487	−0.042	−0.036
( $\delta+AS_R^a$ )/%	0.154	0.180	0.224	−0.058	0.057	0.089
相对误差(RE)/%	0.015	0.77	1.19	−1.10	0.22	1.14
<sup>a</sup> $AS_R$ 为测量方法偏倚的 95%置信区间。						

表 C.4 硅酸盐岩石样品中氧化钾量: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					
	GBW07105	GBW07109	GBW07111	GBW07112	GBW07113	GBW07475
参加实验室数( $p$ )	9	9	9	9	9	9
可接受结果的实验室数( $P$ )	9	9	9	7	8	8
总平均值( $\bar{y}$ )/%	2.31	7.43	3.49	0.137	5.39	1.92
标准值( $\mu$ )/%	2.32	7.48	3.50	0.15	5.43	1.92
重复性标准差( $S_r$ )/%	0.035	0.079	0.051	0.004	0.080	0.029
重复性变异系数/%	1.53	1.06	1.48	2.83	1.48	1.52
重复性限( $r$ )/%	0.100	0.224	0.145	0.011	0.226	0.082

表 C.4 (续)

统计参数	水平					
	GBW07105	GBW07109	GBW07111	GBW07112	GBW07113	GBW07475
再现性标准差( $S_R$ )/%	0.043	0.124	0.066	0.006	0.093	0.045
再现性变异系数/%	1.84	1.67	1.89	4.04	1.72	2.33
再现性限( $R$ )/%	0.120	0.351	0.186	0.016	0.263	0.126
测量方法偏倚( $\delta$ )/%	-0.008	-0.055	-0.015	-0.013	-0.042	-0.002
$(\delta - AS_R^a)$ /%	-0.038	-0.14	-0.061	-0.016	-0.108	-0.033
$(\delta + AS_R^a)$ /%	0.022	0.03	0.032	-0.009	0.024	0.028
相对误差(RE)/%	-0.34	-0.74	-0.43	-8.67	-0.77	-0.10
<sup>a</sup> $AS_R$ 为测量方法偏倚的 95%置信区间。						

表 C.5 硅酸盐岩石样品中氧化镁量: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					
	GBW07105	GBW07109	GBW07111	GBW07112	GBW07113	GBW07475
参加实验室数( $p$ )	9	9	9	9	9	9
可接受结果的实验室数( $P$ )	9	9	8	8	8	8
总平均值( $\bar{y}$ )/%	7.74	0.639	2.82	5.17	0.159	0.900
标准值( $\mu$ )/%	7.77	0.65	2.81	5.25	0.16	0.93
重复性标准差( $S_r$ )/%	0.074	0.020	0.045	0.041	0.004	0.013
重复性变异系数/%	0.96	3.09	1.58	0.79	2.39	1.47
重复性限( $r$ )/%	0.209	0.056	0.126	0.116	0.011	0.037
再现性标准差( $S_R$ )/%	0.123	0.035	0.048	0.072	0.010	0.029
再现性变异系数/%	1.59	5.43	1.69	1.39	6.43	3.20
再现性限( $R$ )/%	0.349	0.098	0.135	0.203	0.029	0.082
测量方法偏倚( $\delta$ )/%	-0.026	-0.011	0.009	-0.084	-0.001	-0.030
$(\delta - AS_R^a)$ /%	-0.110	-0.035	-0.025	-0.133	-0.008	-0.049
$(\delta + AS_R^a)$ /%	0.058	0.012	0.044	-0.036	0.006	-0.010
相对误差(RE)/%	-0.33	-1.69	0.32	-1.60	-0.63	-3.23
<sup>a</sup> $AS_R$ 为测量方法偏倚的 95%置信区间。						

表 C.6 硅酸盐岩石样品中氧化锰量: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					
	GBW07105	GBW07109	GBW07111	GBW07112	GBW07113	GBW07475
参加实验室数( $p$ )	9	9	9	9	9	9
可接受结果的实验室数( $P$ )	9	9	9	9	9	9
总平均值( $\bar{y}$ )/%	0.170	0.118	0.095	0.193	0.143	0.070
标准值( $\mu$ )/%	0.169	0.120	0.094	0.193	0.140	0.071

表 C.6 (续)

统计参数	水平					
	GBW07105	GBW07109	GBW07111	GBW07112	GBW07113	GBW07475
重复性标准差( $S_r$ )/%	0.003 2	0.001 6	0.001 0	0.003 2	0.003 3	0.000 6
重复性变异系数/%	1.90	1.32	1.05	1.64	2.28	0.80
重复性限( $r$ )/%	0.009 2	0.004 4	0.002 8	0.009 0	0.009 2	0.001 6
再现性标准差( $S_R$ )/%	0.004 9	0.004 6	0.005 0	0.005 2	0.006 9	0.003 5
再现性变异系数/%	2.89	3.85	5.29	2.70	4.87	4.92
再现性限( $R$ )/%	0.013 9	0.012 9	0.014 3	0.014 7	0.019 6	0.009 8
测量方法偏倚( $\delta$ )/%	0.001	−0.002	0.001	0	0.003	−0.001
( $\delta-AS_R^a$ )/%	−0.002	−0.005	−0.002	−0.004	−0.002	−0.003
( $\delta+AS_R^a$ )/%	0.004	0.001	0.005	0.003	0.007	0.002
相对误差(RE)/%	0.59	−1.67	1.06	0.00	2.14	−1.41
<sup>a</sup> $AS_R$ 为测量方法偏倚的 95%置信区间。						

表 C.7 硅酸盐岩石样品中氧化钠量: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					
	GBW07105	GBW07109	GBW07111	GBW07112	GBW07113	GBW07475
参加实验室数( $p$ )	9	9	9	9	9	9
可接受结果的实验室数( $P$ )	9	9	8	8	8	8
总平均值( $\bar{y}$ )/%	3.38	7.10	4.08	2.15	2.56	1.38
标准值( $\mu$ )/%	3.38	7.16	4.05	2.11	2.57	1.39
重复性标准差( $S_r$ )/%	0.046	0.085	0.045	0.035	0.040	0.027
重复性变异系数/%	1.35	1.19	1.11	1.64	1.58	1.93
重复性限( $r$ )/%	0.129	0.239	0.128	0.100	0.114	0.076
再现性标准差( $S_R$ )/%	0.084	0.135	0.119	0.066	0.057	0.042
再现性变异系数/%	2.47	1.90	2.91	3.06	2.23	3.05
再现性限( $R$ )/%	0.236	0.382	0.335	0.186	0.161	0.119
测量方法偏倚( $\delta$ )/%	−0.004	−0.058	0.029	0.037	−0.014	−0.008
( $\delta-AS_R^a$ )/%	−0.06	−0.151	−0.049	−0.008	−0.054	−0.036
( $\delta+AS_R^a$ )/%	0.053	0.034	0.108	0.081	0.025	0.021
相对误差(RE)/%	−0.12	−0.81	0.72	1.75	−0.54	−0.58
<sup>a</sup> $AS_R$ 为测量方法偏倚的 95%置信区间。						

表 C.8 硅酸盐岩石样品中五氧化二磷量: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				
	GBW07105	GBW07111	GBW07112	GBW07113	GBW07475
参加实验室数( $p$ )	9	9	9	9	9
可接受结果的实验室数( $P$ )	9	8	9	9	9
总平均值( $\bar{y}$ )/%	0.960	0.354	0.029	0.045	0.082

表 C.8 (续)

统计参数	水平				
	GBW07105	GBW07111	GBW07112	GBW07113	GBW07475
标准值( $\mu$ )/%	0.946	0.340	0.028	0.045	0.088
重复性标准差( $S_r$ )/%	0.013	0.004 6	0.001 6	0.001 3	0.002 3
重复性变异系数/%	1.38	1.29	5.42	2.80	2.79
重复性限( $r$ )/%	0.038	0.013	0.004 4	0.003 6	0.006 5
再现性标准差( $S_R$ )/%	0.047	0.007 3	0.009 1	0.003 6	0.003 1
再现性变异系数/%	4.88	2.05	31.3	8.06	3.72
再现性限( $R$ )/%	0.132	0.020 6	0.025 6	0.010 3	0.008 7
测量方法偏倚( $\delta$ )/%	0.014	0.014	0.001	0	-0.006
$(\delta - AS_R^a)$ /%	-0.017	0.009	-0.005	-0.002	-0.008
$(\delta + AS_R^a)$ /%	0.044	0.019	0.007	0.002	-0.004
相对误差(RE)/%	1.48	4.12	3.57	0.00	-6.82

<sup>a</sup>  $AS_R$  为测量方法偏倚的 95%置信区间。

表 C.9 硅酸盐岩石样品中二氧化钛量: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					
	GBW07105	GBW07109	GBW07111	GBW07112	GBW07113	GBW07475
参加实验室数( $p$ )	9	9	9	9	9	9
可接受结果的实验室数( $P$ )	9	9	9	9	9	9
总平均值( $\bar{y}$ )/%	2.37	0.485	0.765	7.64	0.297	0.280
标准值( $\mu$ )/%	2.37	0.48	0.77	7.69	0.30	0.29
重复性标准差( $S_r$ )/%	0.031	0.007	0.007	0.116	0.008	0.006
重复性变异系数/%	1.31	1.38	0.89	1.51	2.61	2.10
重复性限( $r$ )/%	0.088	0.019	0.019	0.327	0.022	0.017
再现性标准差( $S_R$ )/%	0.064	0.021	0.036	0.140	0.013	0.021
再现性变异系数/%	2.71	4.35	4.65	1.83	4.31	7.55
再现性限( $R$ )/%	0.181	0.060	0.100	0.395	0.036	0.060
测量方法偏倚( $\delta$ )/%	-0.001	0.005	-0.005	-0.048	-0.003	-0.01
$(\delta - AS_R^a)$ /%	-0.045	-0.009	-0.029	-0.147	-0.012	-0.024
$(\delta + AS_R^a)$ /%	0.042	0.019	0.018	0.051	0.006	0.004
相对误差(RE)/%	-0.04	1.04	-0.65	-0.62	-1.00	-3.45

<sup>a</sup>  $AS_R$  为测量方法偏倚的 95%置信区间。

表 C.10 硅酸盐岩石样品中钡量: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					
	GBW07105	GBW07109	GBW07111	GBW07112	GBW07113	GBW07475
参加实验室数( $p$ )	9	9	9	9	9	9
可接受结果的实验室数( $P$ )	9	9	9	9	8	9
总平均值( $\bar{y}$ )/(μg/g)	547	237	1 902	79.0	507	968
标准值( $\mu$ )/(μg/g)	527	251	1 900	86.2	506	970

表 C.10 (续)

统计参数	水平					
	GBW07105	GBW07109	GBW07111	GBW07112	GBW07113	GBW07475
重复性标准差( $S_r$ )/(μg/g)	7.82	6.03	15.3	2.48	8.85	10.5
重复性变异系数/%	1.43	2.55	0.80	3.14	1.75	1.09
重复性限( $r$ )/(μg/g)	22.1	17.1	43.2	7.01	25.0	29.7
再现性标准差( $S_R$ )/(μg/g)	27.2	24.2	65.2	6.50	13.9	43.1
再现性变异系数/%	4.97	10.21	3.43	8.23	2.74	4.45
再现性限( $R$ )/(μg/g)	76.9	68.4	184	18.4	39.2	122
测量方法偏倚( $\delta$ )/(μg/g)	20.11	−14.19	1.52	−7.18	0.68	−2.31
( $\delta - AS_R^a$ )/(μg/g)	2.16	−30.12	−41.39	−11.51	−8.84	−30.67
( $\delta + AS_R^a$ )/(μg/g)	38.07	1.73	44.42	−2.86	10.19	26.04
相对误差(RE)/%	3.82	−5.65	0.08	−8.33	0.13	−0.24
<sup>a</sup> $AS_R$ 为测量方法偏倚的 95%置信区间。						

表 C.11 硅酸盐岩石样品中铍量: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					
	GBW07105	GBW07109	GBW07111	GBW07112	GBW07113	GBW07475
参加实验室数( $p$ )	8	8	8	8	8	8
可接受结果的实验室数( $P$ )	7	8	7	5	7	6
总平均值( $\bar{y}$ )/(μg/g)	2.39	16.9	1.79	0.98	4.07	1.49
标准值( $\mu$ )/(μg/g)	2.5	17.2	2.11	0.98	4.09	1.49
重复性标准差( $S_r$ )/(μg/g)	0.036	0.345	0.030	0.045	0.069	0.030
重复性变异系数/%	1.50	2.04	1.67	4.64	1.70	2.02
重复性限( $r$ )/(μg/g)	0.102	0.975	0.084	0.129	0.195	0.085
再现性标准差( $S_R$ )/(μg/g)	0.523	1.542	0.123	0.201	0.340	0.060
再现性变异系数/%	21.9	9.13	6.89	20.5	8.37	4.04
再现性限( $R$ )/(μg/g)	1.48	4.36	0.35	0.57	0.96	0.17
测量方法偏倚( $\delta$ )/(μg/g)	−0.11	−0.31	−0.32	0	−0.02	0.003
( $\delta - AS_R^a$ )/(μg/g)	−0.47	−1.39	−0.41	−0.14	−0.26	−0.04
( $\delta + AS_R^a$ )/(μg/g)	0.26	0.76	−0.23	0.14	0.22	0.046
相对误差(RE)/%	−4.24	−1.81	−15.2	0.00	−0.54	0.20
<sup>a</sup> $AS_R$ 为测量方法偏倚的 95%置信区间。						

表 C.12 硅酸盐岩石样品中钴量: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					
	GBW07105	GBW07109	GBW07111	GBW07112	GBW07113	GBW07475
参加实验室数( $p$ )	9	7	9	9	7	7
可接受结果的实验室数( $P$ )	9	7	8	9	7	6
总平均值( $\bar{y}$ )/(μg/g)	46.8	5.37	16.7	100	3.02	5.99

表 C.12 (续)

统计参数	水平					
	GBW07105	GBW07109	GBW07111	GBW07112	GBW07113	GBW07475
标准值( $\mu$ )/(μg/g)	46.5	4.59	15.6	93.0	2.4	6.4
重复性标准差( $S_r$ )/(μg/g)	0.84	0.19	0.32	2.68	0.19	0.16
重复性变异系数/%	1.79	3.52	1.90	2.68	6.25	2.74
重复性限( $r$ )/(μg/g)	2.38	0.53	0.90	7.59	0.53	0.46
再现性标准差( $S_R$ )/(μg/g)	4.14	0.74	1.60	11.6	0.60	0.20
再现性变异系数/%	8.85	13.9	9.54	11.6	19.8	3.37
再现性限( $R$ )/(μg/g)	11.7	2.10	4.52	32.9	1.69	0.57
测量方法偏倚( $\delta$ )/(μg/g)	0.31	0.77	1.15	7.31	0.62	-0.41
$(\delta - AS_R^a)$ /(μg/g)	-2.41	0.28	0.10	-0.34	0.22	-0.55
$(\delta + AS_R^a)$ /(μg/g)	3.03	1.26	2.20	14.97	1.01	-0.27
相对误差(RE)/%	0.66	16.7	7.4	7.86	25.6	-6.42
<sup>a</sup> $AS_R$ 为测量方法偏倚的 95%置信区间。						

表 C.13 硅酸盐岩石样品中铜量: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					
	GBW07105	GBW07109	GBW07111	GBW07112	GBW07113	GBW07475
参加实验室数( $p$ )	9	8	8	8	8	8
可接受结果的实验室数( $P$ )	9	8	8	7	8	8
总平均值( $\bar{y}$ )/(μg/g)	48.0	12.0	7.97	26.6	11.5	13.0
标准值( $\mu$ )/(μg/g)	49.0	11.8	8.8	28.3	10.9	13.6
重复性标准差( $S_r$ )/(μg/g)	1.34	0.59	0.30	1.02	0.42	0.51
重复性变异系数/%	2.80	4.89	3.76	3.84	3.65	3.88
重复性限( $r$ )/(μg/g)	3.80	1.66	0.85	2.89	1.19	1.43
再现性标准差( $S_R$ )/(μg/g)	4.35	1.63	0.77	2.38	0.96	1.07
再现性变异系数/%	9.07	13.5	9.71	8.96	8.32	8.20
再现性限( $R$ )/(μg/g)	12.3	4.61	2.19	6.74	2.71	3.02
测量方法偏倚( $\delta$ )/(μg/g)	-1.03	0.24	-0.83	-1.71	0.60	-0.57
$(\delta - AS_R^a)$ /(μg/g)	-3.90	-0.84	-1.35	-3.30	-0.04	-1.28
$(\delta + AS_R^a)$ /(μg/g)	1.85	1.32	-0.32	-0.12	1.24	0.15
相对误差(RE)/%	-2.09	2.02	-9.43	-6.05	5.50	-4.16
<sup>a</sup> $AS_R$ 为测量方法偏倚的 95%置信区间。						

表 C.14 硅酸盐岩石样品中锂量: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					
	GBW07105	GBW07109	GBW07111	GBW07112	GBW07113	GBW07475
参加实验室数( $p$ )	8	8	8	8	8	8
可接受结果的实验室数( $P$ )	8	8	8	5	8	8
总平均值( $\bar{y}$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	10.3	34.6	17.0	1.83	12.9	24.1
标准值( $\mu$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	9.5	32.9	16.2	1.94	12.7	25.1
重复性标准差( $S_r$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	0.48	0.88	0.46	0.10	0.46	0.57
重复性变异系数/%	4.61	2.55	2.73	5.69	3.52	2.38
重复性限( $r$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	1.35	2.49	1.31	0.29	1.29	1.62
再现性标准差( $S_R$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	0.74	4.22	1.00	0.39	1.06	1.70
再现性变异系数/%	7.19	12.2	5.88	21.45	8.22	7.08
再现性限( $R$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	2.10	11.94	2.82	1.11	3.01	4.82
测量方法偏倚( $\delta$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	0.84	1.75	0.77	-0.11	0.25	-1.03
$(\delta - AS_R^a)$ /( $\mu\text{g/g}$ )	0.30	-1.20	0.06	-0.38	-0.51	-2.23
$(\delta + AS_R^a)$ /( $\mu\text{g/g}$ )	1.38	4.69	1.48	0.16	1.00	0.17
相对误差(RE)/%	8.81	5.31	4.75	-5.67	1.94	-4.10
<sup>a</sup> $AS_R$ 为测量方法偏倚的 95%置信区间。						

表 C.15 硅酸盐岩石样品中镍量: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					
	GBW07105	GBW07109	GBW07111	GBW07112	GBW07113	GBW07475
参加实验室数( $p$ )	9	6	9	9	9	9
可接受结果的实验室数( $P$ )	9	5	9	9	9	8
总平均值( $\bar{y}$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	136.7	2.31	25.5	70.4	69.2	18.2
标准值( $\mu$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	140.0	1.75	24.4	69.0	64.5	18.7
重复性标准差( $S_r$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	3.29	0.11	0.97	2.84	3.66	0.44
重复性变异系数/%	2.41	4.79	3.79	4.03	5.29	2.41
重复性限( $r$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	9.31	0.31	2.73	8.03	10.4	1.24
再现性标准差( $S_R$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	12.3	0.85	2.14	7.59	5.37	2.28
再现性变异系数/%	8.99	36.7	8.38	10.8	7.76	12.5
再现性限( $R$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	34.8	2.40	6.05	21.5	15.2	6.44
测量方法偏倚( $\delta$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	-3.28	0.51	1.11	1.44	4.71	-0.48
$(\delta - AS_R^a)$ /( $\mu\text{g/g}$ )	-11.4	-0.05	-0.32	-3.60	1.01	-1.97
$(\delta + AS_R^a)$ /( $\mu\text{g/g}$ )	4.83	1.06	2.54	6.49	8.42	1.02
相对误差(RE)/%	-2.3	29.1	4.5	2.1	7.3	-2.6
<sup>a</sup> $AS_R$ 为测量方法偏倚的 95%置信区间。						

表 C.16 硅酸盐岩石样品中铅量: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			
	GBW07109	GBW07111	GBW07113	GBW07475
参加实验室数( $p$ )	9	6	8	8
可接受结果的实验室数( $P$ )	9	6	8	8
总平均值( $\bar{y}$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	196	18.7	32.2	39.5
标准值( $\mu$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	196	19.8	33.3	40.9
重复性标准差( $S_r$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	5.5	0.6	0.7	1.1
重复性变异系数/%	2.81	3.21	2.17	2.78
重复性限( $r$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	15	1.8	2.0	3.0
再现性标准差( $S_R$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	16	2.6	3.4	3.0
再现性变异系数/%	8.16	13.9	10.6	7.59
再现性限( $R$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	45	7.2	9.4	8.3
测量方法偏倚( $\delta$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	0	-1.1	-1.1	-1.4
$(\delta - AS_R^a)$ /( $\mu\text{g/g}$ )	-10.2	-3.1	-3.4	-3.4
$(\delta + AS_R^a)$ /( $\mu\text{g/g}$ )	10.1	1.0	1.2	0.6
相对误差(RE)/%	0.00	-5.56	-3.30	-3.42
<sup>a</sup> $AS_R$ 为测量方法偏倚的 95%置信区间。				

表 C.17 硅酸盐岩石样品中钍量: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					
	GBW07105	GBW07109	GBW07111	GBW07112	GBW07113	GBW07475
参加实验室数( $p$ )	8	8	8	8	8	8
可接受结果的实验室数( $P$ )	8	7	8	8	7	7
总平均值( $\bar{y}$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	14.8	2.04	11.5	23.2	5.63	5.38
标准值( $\mu$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	15.2	2.22	10.3	22.5	5.15	5.00
重复性标准差( $S_r$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	0.413	0.080	0.258	0.598	0.155	0.139
重复性变异系数/%	2.80	3.92	2.26	2.58	2.74	2.59
重复性限( $r$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	1.17	0.227	0.731	1.69	0.437	0.394
再现性标准差( $S_R$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	1.42	0.359	0.505	1.92	0.458	0.597
再现性变异系数/%	9.64	17.6	4.40	8.26	8.13	11.1
再现性限( $R$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	4.03	1.01	1.43	5.42	1.30	1.69
测量方法偏倚( $\delta$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	-0.425	-0.178	1.158	0.694	0.48	0.38
$(\delta - AS_R^a)$ /( $\mu\text{g/g}$ )	-1.422	-0.428	0.797	-0.65	0.158	-0.036
$(\delta + AS_R^a)$ /( $\mu\text{g/g}$ )	0.572	0.073	1.519	2.038	0.801	0.797
相对误差(RE)/%	-2.80	-8.02	11.2	3.08	9.32	7.60
<sup>a</sup> $AS_R$ 为测量方法偏倚的 95%置信区间。						



表 C.18 硅酸盐岩石样品中锑量: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					
	GBW07105	GBW07109	GBW07111	GBW07112	GBW07113	GBW07475
参加实验室数( $p$ )	9	9	9	9	9	9
可接受结果的实验室数( $P$ )	9	9	9	9	9	9
总平均值( $\bar{y}$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	1 109	1 127	1 216	597	41.1	505
标准值( $\mu$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	1 100	1 160	1 198	612	43.0	484
重复性标准差( $S_r$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	13.6	30.9	12.2	9.58	1.23	5.45
重复性变异系数/%	1.23	2.74	1.00	1.60	2.99	1.08
重复性限( $r$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	38.6	87.5	34.4	27.1	3.47	15.4
再现性标准差( $S_R$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	25.0	101	45.0	26.2	2.95	15.3
再现性变异系数/%	2.25	9.00	3.70	4.39	7.18	3.03
再现性限( $R$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	70.6	287	127	74.1	8.34	43.3
测量方法偏倚( $\delta$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	9.20	−33.0	18.1	−14.97	−1.98	21.0
$(\delta - AS_R^a)$ /( $\mu\text{g/g}$ )	−7.71	−100.0	−11.5	−32.36	−3.91	10.9
$(\delta + AS_R^a)$ /( $\mu\text{g/g}$ )	26.11	34.1	47.8	2.42	0.031	31.2
相对误差(RE)/%	0.84	−2.84	1.51	−2.45	−4.50	4.34
<sup>a</sup> $AS_R$ 为测量方法偏倚的 95%置信区间。						

表 C.19 硅酸盐岩石样品中钒量: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					
	GBW07105	GBW07109	GBW07111	GBW07112	GBW07113	GBW07475
参加实验室数( $p$ )	9	9	9	9	7	9
可接受结果的实验室数( $P$ )	9	9	9	9	7	9
总平均值( $\bar{y}$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	171	183	107	762	3.53	37.9
标准值( $\mu$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	167	179	104	768	3.80	40.1
重复性标准差( $S_r$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	4.08	2.81	1.72	11.4	0.181	0.803
重复性变异系数/%	2.38	1.54	1.61	1.50	5.14	2.12
重复性限( $r$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	11.5	7.95	4.87	32.4	0.513	2.27
再现性标准差( $S_R$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	9.41	12.3	5.32	39.1	0.434	2.08
再现性变异系数/%	5.49	6.75	4.99	5.13	12.3	5.49
再现性限( $R$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	26.6	34.9	15.0	111	1.23	5.89
测量方法偏倚( $\delta$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	4.42	3.83	2.67	−5.71	−0.27	−2.15
$(\delta - AS_R^a)$ /( $\mu\text{g/g}$ )	−1.87	−4.28	−0.85	−31.5	−0.56	−3.54
$(\delta + AS_R^a)$ /( $\mu\text{g/g}$ )	10.7	11.9	6.19	20.1	0.019	−0.77
相对误差(RE)/%	2.64	2.14	2.56	−0.74	−7.13	−5.37
<sup>a</sup> $AS_R$ 为测量方法偏倚的 95%置信区间。						

表 C.20 硅酸盐岩石样品中锌量: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					
	GBW07105	GBW07109	GBW07111	GBW07112	GBW07113	GBW07475
参加实验室数( $p$ )	9	9	9	9	9	9
可接受结果的实验室数( $P$ )	9	9	9	9	9	9
总平均值( $\bar{y}$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	152	114	88.5	118	85.1	78.7
标准值( $\mu$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	150	112	85.4	118	86.3	75.9
重复性标准差( $S_r$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	2.52	3.91	2.25	1.89	1.76	1.54
重复性变异系数/%	1.66	3.43	2.54	1.59	2.07	1.95
重复性限( $r$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	7.12	11.0	6.36	5.33	4.99	4.35
再现性标准差( $S_R$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	9.07	12.1	6.12	8.20	7.16	4.60
再现性变异系数/%	5.97	10.6	6.91	6.92	8.41	5.84
再现性限( $R$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	25.6	34.3	17.3	23.2	20.2	13.0
测量方法偏倚( $\delta$ )/( $\mu\text{g/g}$ )	1.88	1.84	3.13	0.43	-1.18	2.81
$(\delta - AS_R^a)$ /( $\mu\text{g/g}$ )	-4.10	-6.18	-0.94	-4.96	-5.89	-0.23
$(\delta + AS_R^a)$ /( $\mu\text{g/g}$ )	7.86	9.86	7.19	5.82	3.54	5.86
相对误差(RE)/%	1.25	1.64	3.66	0.36	-1.36	3.70
<sup>a</sup> $AS_R$ 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:第二分册[M].第四版.北京:地质出版社,2011.1.
-