



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 6730.76—2017

---

## 铁矿石 钾、钠、钒、铜、锌、 铅、铬、镍、钴含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

Iron ores—Determination of potassium, sodium, vanadium, copper, zinc, lead, chromium, nickel, cobalt elements—Inductively coupled plasma optical emission spectrometry

2017-10-14 发布

2018-07-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

## 前 言

GB/T 6730《铁矿石》分为几十个部分。

本部分为 GB/T 6730 的第 76 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国铁矿石与直接还原铁标准化技术委员会(SAC/TC 317)归口。

本部分起草单位：宁波检验检疫科学技术研究院、中国检验认证集团宁波有限公司、冶金工业信息标准研究院、宁波钢铁有限公司、武钢股份质检中心、宁波经济技术开发区博伦海事检定事务所。

本部分主要起草人：付冉冉、刘水清、何阳、张爱珍、荣德福、陈颖娜、廖海平、陈贺海、陈自斌、王博、应海松、王旭、贾丽辉、崔隽。

铁矿石 钾、钠、钒、铜、锌、  
铅、铬、镍、钴含量的测定  
电感耦合等离子体发射光谱法

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

1 范围

GB/T 6730 的本部分规定了电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES)测定钾、钠、钒、铜、锌、铅、铬、镍、钴含量的方法。

本部分适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿。测量元素含量范围见表 1。

表 1 测量元素含量范围

分析元素	测量范围(质量分数)/%
K	0.003~0.4
Na	0.002~0.4
V	0.000 5~0.4
Cu	0.001~0.4
Zn	0.002~0.06
Pb	0.006~0.06
Cr	0.001~0.06
Ni	0.004~0.06
Co	0.001~0.06

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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 6379.1 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

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 6730.1 铁矿石 分析用预干燥试样的制备

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 10322.1 铁矿石 取样和制样方法

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管

### 3 原理

用盐酸、氢氟酸、硝酸和高氯酸混酸分解试样,用电感耦合等离子体光谱仪选择合适的谱线测定其中待测元素的光谱强度,根据标准溶液制作得校准计算出元素最终含量。

### 4 试剂和材料

分析中除另有说明外,仅使用认可的优级纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的二级及以上水。

- 4.1 高纯铁,纯度 $> 99.99\%$ 。
- 4.2 混合熔剂,2份无水碳酸钠和1份硼酸研细后混匀,烘干,备用。
- 4.3 盐酸, $\rho$ 约1.16 g/mL。
- 4.4 硝酸, $\rho$ 约1.4 g/mL。
- 4.5 氢氟酸, $\rho$ 约1.13 g/mL,分析纯。
- 4.6 高氯酸, $\rho$ 约1.67 g/mL。
- 4.7 盐酸,1+1。
- 4.8 盐酸,1+5。
- 4.9 单元素储备液,钾、钠、钒、铜、锌、铅、铬、镍、钴的标准储备溶液按照 GB/T 602 方法配制,或购买有证标准溶液,质量浓度均为1 000  $\mu\text{g/mL}$ 。

### 5 仪器设备

单标线容量瓶、单标线移液管应分别符合 GB/T 12806 和 GB/T 12808 的规定。

- 5.1 聚四氟乙烯(PTFE)烧杯,100 mL或以上容积,配 PTFE 盖子。或用聚四氟乙烯(PTFE)坩埚。
- 5.2 塑料容量瓶,100 mL。
- 5.3 铂坩埚或者铂合金坩埚,容量最小为40 mL。
- 5.4 马弗炉。
- 5.5 电感耦合等离子体发射光谱仪。应配备耐高盐、耐氢氟酸雾化器和相应的雾化室。

### 6 取样和制样

#### 6.1 实验室试样

按照 GB/T 10322.1 进行取制样。一般试样粒度应小于100  $\mu\text{m}$ 。如试样中化合水或易氧化物含量高时,其粒度应小于160  $\mu\text{m}$ 。

注:关于化合水和易氧化物含量较高的规定参见 GB/T 6730.1。

#### 6.2 预干燥试样的制备

充分混匀实验室试样,缩分法取样。按照 GB/T 6730.1 在105  $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 下干燥试样。

7 分析步骤

7.1 测定次数

按照附录 A 中的程序,对同一预干燥试样,至少独立测定 2 次,取其平均值。

注:“独立”是指再次及后续任何一次测定结果不受前面测定结果的影响。本分析方法中,此条件意味着同一操作者在不同的时间或不同操作者进行重复测定,包括采用适当的再校准。

7.2 试料量

称取约 1.0 g 预干燥试样(6.2),准确到 0.000 2 g。

注:试料迅速称取,以免重新吸湿。

7.3 空白试验和验证试验

7.3.1 空白试验

随同试料进行空白试验,用高纯铁(见 4.1)代替试料进行试验,确保与待测试料中铁含量一致,所有试剂应取自同一试剂瓶。

7.3.2 验证试验

随同试料分析同类型标准样品做验证试验。

7.4 测量

7.4.1 试料的分解

将试料(见 7.2)置于 100 mL PTFE 烧杯(见 5.1)中,用水湿润,加入 10 mL 盐酸(见 4.3)、1 mL 硝酸(见 4.4)、4 mL 氢氟酸(见 4.5)、3 mL 高氯酸(见 4.6),盖上 PTFE 盖,放置电热板上加热,温度控制在 150 ℃左右,至完全溶解,打开盖,蒸发至干。加入 10 mL 盐酸(见 4.7)放电热板上溶解,冷却后转移至 100 mL 容量瓶(见 5.2)中,用水稀释至刻度并混匀。

若在分解试料操作中有值得注意量的残渣,或怀疑残渣含有待测元素,应将残渣分离测定。残渣用 1.2 g 混合熔剂(见 4.2)熔融,用稀盐酸(见 4.8)浸取,然后检测各元素含量。相应地制备空白溶液,将残渣和主液的测定结果合并。

7.4.2 调节光谱仪

7.4.2.1 总则

根据仪器厂商提供的条件和实验室实践调整光谱仪,选择合适的炬管和雾化器,调整功率、气体流量、观察高度、提升速率等。表 2 列出了各元素的推荐谱线。

表 2 推荐的性能参数值

元素	推荐谱线、波长 $\lambda$ nm	背景校正浓度 BEC $\mu\text{g/mL}$	检出限 DL $\mu\text{g/mL}$	短期精度 $\text{RSDN}_{\min}$ %
K	769.8;766.4	1.55	0.024	2
Na	589.5	1.15	0.017	3

表 2 (续)

元素	推荐谱线、波长 $\lambda$ nm	背景校正浓度 BEC $\mu\text{g/mL}$	检出限 DL $\mu\text{g/mL}$	短期精度 $\text{RSDN}_{\min}$ %
V	311.0;309.3;310.2	0.44	0.004	2
Cu	327.3;324.7	1.01	0.008	2
Zn	206.1;213.8	1.04	0.012	3
Pb	220.3	1.7	0.052	4
Cr	267.7	1.02	0.007	2
Ni	341.4	1.30	0.032	4
Co	228.6	1.12	0.020	4

注：不同仪器对于同种元素的波长值稍有不同。

#### 7.4.2.2 性能试验

性能试验是为了将光谱仪调整至具有足够的灵敏度和精密度的最佳状态,以便比较产生的数据。性能试验涉及参数有检出限(DL)、背景校正浓度(BEC)、短期精度(RSDN),具体定义及评价方法见附录 B。

尽量完善优化每一轮的仪器参数,如有必要,应尽可能多的进行操作次数,直至所得数值优于表 2 中数值为止。试验溶液中元素浓度高于  $5\,000 \times \text{DL}$  时,RSDN 是唯一需要评价的性能参数,测量值应低于表 2 中推荐的  $\text{RSDN}_{\min}$ 。

#### 7.4.3 校准曲线

校准溶液被定义为绘制分析元素校准曲线所要求的溶液,其在溶液中的浓度范围,以质量分数(%)表示,它取决于仪器的性能参数和线性灵敏度。要覆盖表 1 所示范围至少需要 6 份校准溶液。对于浓度范围窄的试样,校准溶液应包括有效区,如果溶液中元素浓度高于  $5\,000 \times \text{DL}$  时,应另外绘制校准曲线以包含该范围。当校准曲线呈现非线性时,可以选择灵敏度低一点的谱线或者将样品和校准溶液同等稀释。

附录 C 中表 C.1 列出了一般情况下的校准曲线浓度,由储备液(见 4.9)稀释得到。校准溶液基体尽可能与待测溶液中基体一致,一般按照试料中铁含量为 60% 计算,待测溶液中盐酸浓度为 5%。不是现配的校准溶液使用前要检查它的强度确定是否可以使用。

#### 7.4.4 测量

按照从低浓度到高浓度的顺序测定校准溶液,从空白校准溶液开始测量,每次测量读数 3 次,取平均值。每两次测试间均用水清洗。测定各元素时空白溶液中铁含量不应大于表 C.2 中数值。

注 1: 如果测试液超出校准曲线范围,可以稀释试液和空白,也可以重新配制校准溶液。

注 2: 选择的谱线要看看是否有背景干扰,可以吸喷加了铁的空白溶液和样品溶液来试验。

注 3: 在校准曲线做好后,过一段时间可以用两点再校正来应对仪器漂移,具体见 8.3。

测定校准溶液后,先测定标准物质溶液,然后测定样品溶液,每两次测试期间均用水清洗,标准物质溶液和样品溶液至少应重复测定两次。

## 8 结果计算及其表示

### 8.1 待测元素含量计算

一般情况下,用校准溶液的浓度和发射强度分别作为横、纵坐标画校准曲线,测定测试溶液的发射强度,根据校准曲线图得到它的浓度。按式(1)计算:

$$w_i = \frac{(c_1 - c_0) \times V}{10^6} \times \frac{100\%}{m} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$w_i$  ——待测元素的含量;

$m$  ——试样量,单位为克(g);

$c_1$  ——试样中待测元素的浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$c_0$  ——空白待测元素的浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$V$  ——校正和试样溶液的最终体积,单位为毫升(mL)。

### 8.2 光谱干扰的修正

如果谱线之间有干扰,建议使用合成标准溶液作为对光谱干扰的修正方法,程序如下:

使用二元合成溶液系列为分析物干扰元素( $j$ )绘制校正曲线。建议只要校准溶液作为独立的二元制备,尽可能地使用该溶液。

使用校正曲线图对分析物进行分析,用测定二元合成溶液系列的强度来测定分析物( $i$ )、干扰元素( $j$ )的表观含量。

采用式(2)计算表观含量  $w_{ij}$ :

$$w_{ij} = l_{ij} \times w_j + b \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$l_{ij}$  ——验证中分析物  $i$  的元素光谱干扰  $j$  的系数,相当于干扰元素 1% 时分析物的含量;

$w_j$  ——试样中干扰元素的含量;

$b$  ——常数(一般很小)。

每一个元素的含量  $w_i$ ,采用式(3)进行计算:

$$w_i = \frac{(c_1 - c_0) \times V}{10^6} \times \frac{100\%}{m} - \sum w_j l_{ij} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$w_j$  ——试样中干扰元素的含量;

$l_{ij}$  ——验证中分析物  $i$  的元素光谱干扰  $j$  的系数,相当于干扰元素 1% 时分析物的含量;

$V$  ——校正和试样溶液的最终体积,单位为毫升(mL)。

光谱干扰的过度修正是不可取的。允许最大的修正值约为验证中分析物含量重复性允许差的 10 倍。如果修正值大于此数,该修正不适用。

### 8.3 校准曲线的漂移校正

校准曲线做好后,使用一段时间后,会产生漂移,要定期检查和校正,可用两点再校正,按如下操作。

取校准曲线中浓度最高和最低的作为校正溶液,测定这两份校正溶液的浓度,并采用式(4)、式(5)计算修正系数  $\alpha$ 、 $\beta$ :

$$\alpha = \frac{I_{H0} - I_{L0}}{I_H - I_L} \dots\dots\dots (4)$$

式中：  
 $I_{H0}$  ——最高浓度校正溶液的初始强度；  
 $I_{L0}$  ——最低浓度校正溶液的初始强度；  
 $I_H$  ——最高浓度校正溶液在一定间隔下的验证强度；  
 $I_L$  ——最低浓度校正溶液在一定间隔下的验证强度。

$$\beta = I_{L0} - \alpha I_L \dots\dots\dots (5)$$

测定的试验溶液强度应采用式(6)进行修正：

$$I_C = \alpha I + \beta \dots\dots\dots (6)$$

式中：  
 $I_C$  ——经修正的强度值；  
 $I$  ——测定的强度值。

在下次验证前应使用相同的修正系数  $\alpha$ 、 $\beta$ 。

- 注 1：漂移校正的频率取决于仪器的特性。一般情况下，每 30 min 或每隔 10 个~20 个样品，采用相同的校正溶液校正。
- 注 2：校正后的强度值用来计算待测元素含量。

8.4 分析结果的一般处理

8.4.1 精密度

本部分的精密度数据是在 2016 年由 8 个实验室对含钾、钠、钒、铜、锌、铅、铬、镍、钴 9 种元素不同含量的 11 个铁矿石试样进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的待测元素含量在 GB/T 6379.1 规定的重复性条件下测定 3 次。从实验室间试验结果得到的统计数据和其他数据参见附录 D。

根据 8 个实验室反馈的结果按照 GB/T 6379.2 计算回归得到的重复性限  $r$  和再现性限  $R$  见表 3。

表 3 精密度

分析元素	范围 %	重复性限 $r$ %	再现性限 $R$ %
K	0.003~0.4	$\lg r = 0.508\ 7\ \lg x - 2.013$	$\lg R = 0.782\ 7\ \lg x - 0.723\ 8$
Na	0.002~0.4	$\lg r = 0.296\ 8\ \lg x - 2.137$	$\lg R = 0.407\ 9\ \lg x - 1.218$
V	0.000 5~0.4	$\lg r = 0.709\ 1\ \lg x - 1.638$	$\lg R = 0.631\ 7\ \lg x - 1.141$
Cu	0.001~0.4	$\lg r = 0.331\ 2\ \lg x - 2.149$	$\lg R = 0.535\ 8\ \lg x - 1.333$
Zn	0.002~0.06	$\lg r = 0.731\ 6\ \lg x - 1.750$	$\lg R = 0.257\ 6\ \lg x - 1.541$
Pb	0.006~0.06	$\lg r = 0.585\ 3\ \lg x - 1.951$	$\lg R = 0.938\ 1\ \lg x - 0.739\ 5$
Cr	0.001~0.06	$\lg r = 1.098\ 2\ \lg x - 0.699\ 6$	$\lg R = 1.068\ 9\ \lg x - 0.207\ 1$
Ni	0.004~0.06	$\lg r = -0.149\ 1\ \lg x - 3.046$	$\lg R = 0.402\ 4\ \lg x - 1.417$
Co	0.001~0.06	$\lg r = 0.691\ 2\ \lg x - 1.648$	$\lg R = 0.672\ 0\ \lg x - 1.040$
注：表中 $x$ 计算如下： ——对重复性限计算公式内，为实验室内重复测定结果的算术平均值； ——对再现性限计算公式内，为两个实验室最终结果的算术平均值。			



#### 8.4.2 分析结果的确定

根据附录 A 的程序,按式(1)计算两个独立测量结果,并与重复性限  $r$  进行比较,来确定实验室最终分析结果。

#### 8.4.3 实验室间的精密度

实验室间精密度常用于评价两个实验室报告的最终结果间的一致性。两个实验室按 8.1 中的程序报告结果后,按式(7)计算:

$$\mu_{12} = \frac{\mu_1 + \mu_2}{2} \quad \text{SZIC} \dots\dots\dots (7)$$

式中:

$\mu_1$  ——实验室 1 报告的最终结果;

$\mu_2$  ——实验室 2 报告的最终结果;

$\mu_{12}$  ——最终结果平均值。

如果  $|\mu_1 - \mu_2| \leq R$ , 最终结果是一致的( $R$  见表 3)。

#### 8.4.4 分析值的验收

分析值的验收使用认证标准样品(CRM)或标准样品(RM)来进行验证,实验室最终结果用来与 CRM 或 RM 的标准值  $A_c$  比较,将出现两种可能:

a)  $|\mu_c - A_c| \leq C$ , 在这种情况下,测量值与标准值之间无显著性差异;

b)  $|\mu_c - A_c| > C$ , 在这种情况下,测量值与标准值之间有显著差异。

式中:

$\mu_c$  ——CRM 或 RM 的测量值;

$A_c$  ——CRM 或 RM 的标准值;

$C$  ——其值取决从所使用 CRM/RM 样品种类的计算。

通过多个实验室间来确定的认证标准样品(CRM)或标准样品(RM)的  $C$  值按式(8)计算:

$$C = \frac{1}{\sqrt{2}} \sqrt{R^2 - \frac{n-1}{n} r^2 + 8u^2} \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中:

$R$  ——实验室间再现性限;

$r$  ——实验室内重复性限;

$n$  ——标准样品重复测定次数;

$u$  ——CRM/RM 样品标准值的不确定度。

#### 8.4.5 最终结果的计算

最终结果是试样可接受值的算术平均值,或是按附录 A 中规定的程序确定的值,对于被测元素含量高于或等于 0.01 % 的计算至小数第五位,按 GB/T 8170 的规定修约到小数第三位;对于被测元素含量低于 0.01 % 的计算至小数第六位,按 GB/T 8170 的规定修约到小数第四位。

### 8.5 氧化物换算系数

按式(9)、式(10)、式(11)计算试样中氧化物含量,其数值以 % 表示。

$$w(\text{Na}_2\text{O}) = w(\text{Na}) \times 1.3480 \quad \dots\dots\dots (9)$$

$$w(\text{K}_2\text{O}) = w(\text{K}) \times 1.2046 \quad \dots\dots\dots (10)$$

$$w(V_2O_5) = w(V) \times 1.7851 \dots\dots\dots (11)$$

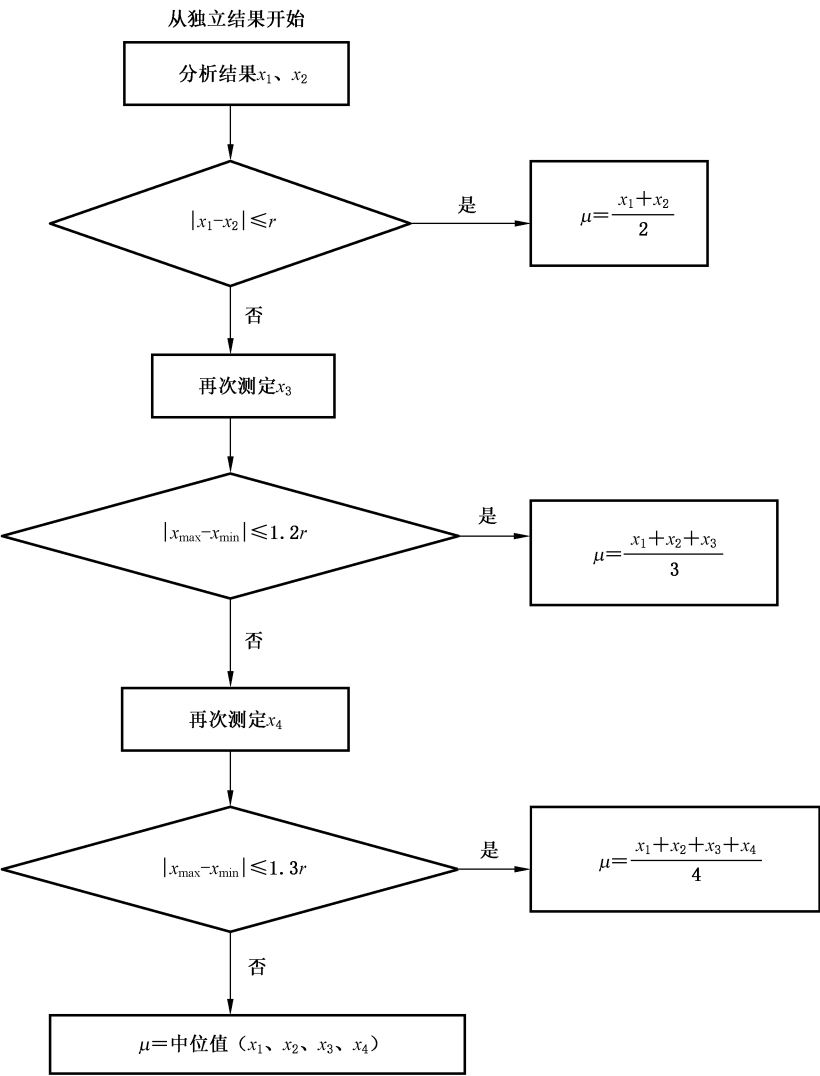
## 9 试验报告

试验报告应包括下列信息：

- a) 实验室名称和地址；
- b) 试验报告发布日期；
- c) 本部分的编号；
- d) 样品识别必要的详细说明；
- e) 分析结果；
- f) 测定过程中存在的任何异常特性以及标准中未规定而可能对试样或认证标样的分析结果产生影响的任何操作。

附录 A  
(规范性附录)  
试样分析结果验收程序

试样分析结果验收程序见图 A.1。



注：r 为重复性限，见表 3。

图 A.1 试样分析结果验收程序图



## 附 录 B

### (规范性附录)

### 光谱仪性能试验

#### B.1 光谱仪性能一般要求

本附录中给出的性能测试的目的是提供手段,通过优化 ICP 光谱仪,可以使用不同类型的仪器,找到不同的操作条件,使得使用不同的等离子体光谱仪最终能产生一致的结果。整个过程控制三个基本参数:检出限(DL),背景等效浓度(BEC)和短期精度(RSDN<sub>min</sub>)。仪器测定待测元素的最佳性能见表 2。

#### B.2 定义

**B.2.1 检出限(DL):**当元素产生最小浓度信号时,可以认为超出了任何带有一定规定等级的伪背景信号;另外,元素浓度产生的信号是三倍的背景强度的标准偏差。

**B.2.2 背景等效浓度(BEC):**分析物浓度产生的净信号强度相等的背景强度;是对给定波长灵敏度的度量。

**B.2.3 短期精度(RSDN):**在预定的条件下所得一系列仪器强度读数的相对标准偏差。

#### B.3 参考溶液

使用表 C.1 中的三个校准溶液:空白溶液、溶液 1(含在表 1 中确定的最低浓度范围内),和溶液 2 进行检测。

#### B.4 程序

应首先根据制造商的建议及实验室的定量分析实践调整等离子体光谱仪。吸入空白,并读取 10 个强度读数。对于溶液 1、溶液 2 重复此操作。

使用式(B.1)计算分析曲线的斜率:

$$M = C_2 / (I_2 - I_b) \quad \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

$M$  ——分析曲线的斜率;

$C_2$  ——校准溶液 2 的浓度;

$I_2$  ——校准溶液 2 的 10 个强度读数的平均值;

$I_b$  ——空白校准溶液的 10 个强度读数的平均值。



使用式(B.2)计算检出限 DL:

$$DL = 3S_b M \quad \dots\dots\dots (B.2)$$

式中:

DL ——检出限,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$S_b$  ——空白校准溶液的 10 个强度读数的标准偏差。

使用式(B.3)计算背景等效浓度 BEC:

$$\text{BEC} = M(I_{\text{b}}) \quad \dots\dots\dots (\text{B.3})$$

式中：

BEC——背景等效浓度，单位为微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )。

使用式(B.4)计算校准溶液 2 的净平均强度：

$$IN_{\text{A}} = I_{\text{A}} - I_{\text{b}} \quad \dots\dots\dots (\text{B.4})$$

式中：

$IN_{\text{A}}$  ——校准溶液 2 的净平均强度；

$I_{\text{A}}$  ——校准溶液 2 的平均强度；

$I_{\text{b}}$  ——空白校准溶液的平均强度。

校准溶液 2 的短期稳定性由  $\text{RSDN}_{\text{min}}$  来表示，由式(B.5)计算得到：

$$\text{RSDN}_{\text{min}} = \frac{\sqrt{S_{\text{A}}^2 + S_{\text{b}}^2}}{IN_{\text{A}}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (\text{B.5})$$

式中：

$S_{\text{A}}$  ——校准溶液 1 的 10 次读数的标准偏差。



附 录 C  
(规范性附录)  
推荐的校准曲线

C.1 本方法推荐的校准曲线浓度见表 C.1。

表 C.1 推荐的校准曲线浓度 单位为微克每毫升

待测元素	空白溶液	溶液 1	溶液 2	溶液 3	溶液 4	溶液 5
K	0	0.2	1.0	0.5	5.0	16
Na	0	0.1	1.0	0.5	5.0	12
V	0	0.1	0.5	5.0	10	40
Cu	0	0.1	0.5	5.0	10	15
Zn	0	0.1	1.0	0.5	2.0	4.0
Pb	0	0.5	1.5	3.0	0.2	6.0
Cr	0	0.1	1.0	0.5	2.0	6.0
Ni	0	0.2	1.0	0.5	3.0	6.0
Co	0	0.1	1.0	0.5	2.0	6.0

C.2 空白溶液中铁含量不能超过表 C.2 所列数值。

表 C.2 测定待测元素时铁的最大空白值

元素	K	Na	V	Cu	Zn	Pb	Cr	Ni	Co
空白溶液中铁含量/( $\mu\text{g/mL}$ )	0.2	0.1	0.1	0.1	0.1	0.2	0.1	0.2	0.1

## 附 录 D

(资料性附录)

## 从实验室间试验结果得到的统计数据和其他数据

选择 11 种有证标准样品寄送 8 家实验室进行试验,结果采用 GB/T 6379 进行统计和处理,计算出  $r$  和  $R$ 。数据统计结果表见表 D.1~ 表 D.9。

表 D.1 V 统计结果表

待测元素	V			
样品标识	BS105	GBW 07224	ECRM 683-1	ECRM 681-1
参加实验室数目	8	8	8	8
可接受结果的数目	7	8	8	8
平均值/%	0.004 0	0.312	0.044	0.136
真值/%	0.005	0.313	0.046	0.137
重复性标准差 $S_r$	0.000 23	0.003 75	0.000 55	0.002 34
重复性变异系数	5.7%	1.2%	1.2%	1.9%
重复性限 $r$	0.000 64	0.010 60	0.001 56	0.007 45
再现性标准差 $S_R$	0.001 06	0.013 24	0.002 34	0.008 88
再现性变异系数	26.8%	4.2%	5.3%	6.6%
再现性限 $R$	0.003 00	0.037 46	0.006 61	0.025 14

表 D.2 Cr 统计结果表

待测元素	Cr					
样品标识	GSB03-2027-2006	ECRM 680-1	BS105	GBW 07224	ECRM 683-1	ECRM 681-1
参加实验室数目	8	8	8	8	8	8
可接受结果的数目	8	8	8	8	8	8
平均值/%	0.005 8	0.003 4	0.010 7	0.006 5	0.014 8	0.039 9
真值/%	0.006 2	0.005	0.013	0.006 7	0.018	0.041
重复性标准差 $S_r$	0.000 20	0.000 14	0.001 75	0.000 28	0.001 12	0.001 14
重复性变异系数	3.5%	4.1%	16%	4.3%	7.5%	2.9%
重复性限 $r$	0.000 57	0.000 39	0.004 96	0.000 80	0.003 17	0.003 22
再现性标准差 $S_R$	0.000 62	0.000 91	0.003 48	0.000 93	0.003 36	0.005 70
再现性变异系数	10%	27%	32%	14%	23%	14%
再现性限 $R$	0.001 75	0.002 57	0.009 84	0.002 62	0.009 52	0.016 12

表 D.3 Co 统计结果表

待测元素	Co			
样品标识	ECRM 680-1	W88307	GBW 07224	EURO610-1
参加实验室数目	8	8	8	8
可接受结果的数目	8	7	7	8
平均值/%	0.012 0	0.006 9	0.019 4	0.074 1
真值/%	0.013	0.008	0.018	0.075
重复性标准差 $S_r$	0.000 42	0.000 20	0.000 80	0.001 10
重复性变异系数	3.5%	2.9%	4.1%	1.5%
重复性限 $r$	0.001 18	0.000 56	0.002 26	0.003 12
再现性标准差 $S_R$	0.001 37	0.001 19	0.003 15	0.005 19
再现性变异系数	11%	17%	16%	7.0%
再现性限 $R$	0.003 86	0.003 37	0.008 91	0.014 69

表 D.4 Cu 统计结果表

待测元素	Cu						
样品标识	GSBH30001-97	GSB03-1805-2005	ECRM 680-1	BS105	W88307	GBW 07224	JSS852-2
参加实验室数目	8	8	8	8	8	8	8
可接受结果的数目	8	8	8	8	8	8	8
平均值/%	0.166 4	0.168 0	0.061 8	0.001 1	0.010 6	0.019 5	0.005 3
真值/%	0.169	0.171	0.063	0.001	0.011	0.02	0.006
重复性标准差 $S_r$	0.001 57	0.001 45	0.001 02	0.000 25	0.000 40	0.000 51	0.000 78
重复性变异系数	0.9%	0.9%	1.6%	23%	3.8%	2.6%	15%
重复性限 $r$	0.004 43	0.004 11	0.002 89	0.000 70	0.001 13	0.001 44	0.002 22
再现性标准差 $S_R$	0.006 68	0.007 31	0.003 16	0.000 43	0.001 15	0.002 04	0.001 21
再现性变异系数	4.0%	4.4%	5.1%	40%	11%	10%	23%
再现性限 $R$	0.018 90	0.020 68	0.008 95	0.001 23	0.003 26	0.005 78	0.003 43

表 D.5 Na<sub>2</sub>O 统计结果表

待测元素	Na <sub>2</sub> O					
样品标识	GSB03-1805-2005	ECRM 680-1	BS105	W88307	ECRM 683-1	ECRM 681-1
参加实验室数目	7	7	7	7	7	7
可接受结果的数目	6	7	7	7	7	7
平均值/%	0.009 2	0.172 8	0.020 7	0.032 2	0.060 9	0.091 2
真值/%	0.008	0.172	0.023	0.03	0.061	0.092



表 D.5 (续)

待测元素	Na <sub>2</sub> O					
样品标识	GSB03-1805-2005	ECRM 680-1	BS105	W88307	ECRM 683-1	ECRM 681-1
重复性标准差 $S_r$	0.000 38	0.002 06	0.001 84	0.000 55	0.000 70	0.000 88
重复性变异系数	4.1%	1.2%	8.9%	1.7%	1.2%	1.0%
重复性限 $r$	0.001 07	0.005 84	0.011 29	0.001 57	0.001 98	0.002 48
再现性标准差 $S_R$	0.003 35	0.011 39	0.004 21	0.004 51	0.005 57	0.009 20
再现性变异系数	36%	6.6%	20%	14%	9.1%	10%
再现性限 $R$	0.009 49	0.032 22	0.012 95	0.012 76	0.015 75	0.026 05

表 D.6 K<sub>2</sub>O 统计结果表

待测元素	K <sub>2</sub> O							
样品标识	GSBH 30001-97	GSB03- 2027-2006	GSB03- 1805-2005	ECRM 680-1	BS105	W88307	ECRM 683-1	JSS852-2
参加实验室数目	8	8	8	8	8	8	8	8
可接受结果的数目	8	8	8	8	7	8	8	8
平均值/%	0.052 1	0.006 6	0.086 1	0.083 9	0.015 1	0.049 2	0.166 3	0.006 6
真值/%	0.055	0.006 8	0.099	0.094	0.017	0.052	0.178	0.007
重复性标准差 $S_r$	0.000 85	0.000 22	0.000 98	0.000 90	0.000 46	0.000 56	0.001 93	0.000 38
重复性变异系数	1.6%	3.3%	1.1%	1.1%	3.0%	1.1%	1.2%	5.7%
重复性限 $r$	0.002 42	0.000 62	0.002 78	0.002 54	0.001 29	0.001 59	0.005 46	0.001 06
再现性标准差 $S_R$	0.006 51	0.001 55	0.011 14	0.010 00	0.004 05	0.005 35	0.018 79	0.001 00
再现性变异系数	12%	23%	13%	12%	26%	11%	11%	15%
再现性限 $R$	0.018 44	0.004 39	0.031 53	0.028 31	0.011 47	0.015 14	0.053 16	0.002 82

表 D.7 Ni 统计结果表

待测元素	Ni				
样品标识	ECRM 680-1	BS105	W88307	ECRM 681-1	JSS852-2
参加实验室数目	8	8	8	8	8
可接受结果的数目	8	8	8	8	8
平均值/%	0.006 0	0.004 1	0.014 7	0.017 0	0.043 9
真值/%	0.007	0.004	0.015	0.016	0.045
重复性标准差 $S_r$	0.001 05	0.000 77	0.000 22	0.000 62	0.000 75
重复性变异系数	18%	19%	1.5%	3.7%	1.7%
重复性限 $r$	0.002 98	0.002 18	0.000 63	0.001 76	0.002 11

表 D.7 (续)

待测元素	Ni				
样品标识	ECRM 680-1	BS105	W88307	ECRM 681-1	JSS852-2
再现性标准差 $S_R$	0.001 94	0.001 42	0.002 46	0.002 56	0.003 88
再现性变异系数	33%	34%	17%	15%	8.8%
再现性限 $R$	0.005 49	0.004 02	0.006 95	0.007 25	0.010 98

表 D.8 Pb 统计结果表

待测元素	Pb		
样品标识	GSBH30001-97	GSB03-1805-2005	ECRM 680-1
参加实验室数目	8	8	8
可接受结果的数目	8	8	8
平均值/%	0.014 7	0.101 2	0.309 8
真值/%	0.014	0.106	0.317
重复性标准差 $S_r$	0.000 32	0.001 06	0.002 26
重复性变异系数	2.2%	1.0%	0.7%
重复性限 $r$	0.000 92	0.003 00	0.006 41
再现性标准差 $S_R$	0.001 17	0.007 84	0.021 39
再现性变异系数	8.0%	7.7%	7.0%
再现性限 $R$	0.003 32	0.022 19	0.060 53

表 D.9 Zn 统计结果表

待测元素	Zn					
样品标识	GSBH30001-97	GSB03-2027-2006	GSB03-1805-2005	ECRM 680-1	ECRM 683-1	JSS852-2
参加实验室数目	8	8	8	8	8	8
可接受结果的数目	8	7	7	7	8	8
平均值/%	0.019 2	0.003 5	0.241 4	0.164 4	0.010 3	0.006 3
真值/%	0.018	0.002 6	0.253	0.165	0.01	0.005
重复性标准差 $S_r$	0.000 45	0.000 12	0.004 00	0.001 84	0.000 44	0.000 23
重复性变异系数	2.3%	3.3%	1.7%	1.1%	4.2%	3.7%
重复性限 $r$	0.001 27	0.000 33	0.011 32	0.005 20	0.001 23	0.000 66
再现性标准差 $S_R$	0.002 25	0.001 24	0.007 77	0.003 50	0.001 73	0.001 93
再现性变异系数	12%	35%	3.2%	2.1%	17%	31%
再现性限 $R$	0.006 36	0.003 50	0.022 00	0.009 91	0.004 90	0.005 46

\_\_\_\_\_