

DZ

中华人民共和国地质矿产行业标准

DZ/T XXXXX—202X

伴生铊矿石化学分析方法 铊和 15 个稀土
元素含量的测定 电感耦合等离子体质谱法

Methods for chemical analysis of associated thallium minerals—Determination of
thallium and rare earths content—Inductively coupled plasma mass spectrometry

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

(报批稿)

202X - XX - XX 发布

202X - XX - XX 实施

中华人民共和国自然资源部 发布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	2
4 原理	2
5 试剂和材料	2
6 仪器设备	3
7 样品	3
8 试验步骤	4
8.1 空白试验	4
8.2 验证试验	4
8.3 平行试验	4
8.4 样品分解	4
8.5 校准溶液系列的配制	4
8.6 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	6
11 正确度	6
12 质量保证和控制	6
附录 A（资料性） 元素标准储备溶液的配制	8
附录 B（资料性） 仪器参考工作条件	11
附录 C（资料性） 实验室间精密度协作试验数据统计结果	12

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》和GB/T 20001.4—2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及到专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中华人民共和国自然资源部提出。

本文件由全国自然资源与国土空间规划标准化技术委员会（SAC/TC93）归口。

本文件起草单位：辽宁省地质矿产研究院有限责任公司、国家地质实验测试中心、中国地质调查局沈阳地质调查中心。

本文件主要起草人：张世涛、闵广全、史雨辰、陈海英、陈国娟、徐晓欣、张妍、邵文军、王瑞敏、安子怡。

伴生铀矿石化学分析方法 铀和 15 个稀土元素含量的测定 电感耦合等离子体质谱法

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

1 范围

本文件规定了电感耦合等离子体质谱法测定伴生铀矿石中铀和15个稀土元素（钍、镧、铈、镨、钆、铽、铈、钇、铪、铌、钽、铟、铊）含量的方法。

本文件适用于分散元素矿、钨矿、多金属矿和铅锌矿中铀和15个稀土元素（钍、镧、铈、镨、钆、铽、铈、钇、铪、铌、钽、铟、铊）含量的电感耦合等离子体质谱法测定。

方法检出限和测定范围见表1。

表1 方法检出限和测定范围

单位为微克每克

元素	方法检出限	测定范围
Tl	0.021	0.070~500
Y	0.024	0.080~150
La	0.016	0.053~150
Ce	0.050	0.17~150
Pr	0.011	0.037~150
Nd	0.022	0.073~150
Sm	0.013	0.043~50
Eu	0.003	0.010~50
Gd	0.008	0.027~50
Tb	0.002	0.007~50
Dy	0.011	0.037~50
Ho	0.002	0.007~50
Er	0.007	0.023~50
Tm	0.003	0.010~50
Yb	0.005	0.017~50
Lu	0.002	0.007~50

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6379.4 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第4部分：确定标准测量方法正确度的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 14505 岩石和矿石化学分析方法 总则及一般规定

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

样品经过氧化钠-无水碳酸钠熔融，热水提取熔融物，沸硝酸溶解沉淀，硫酸沉淀钡离子。试样由载气带入雾化系统进行雾化后，以气溶胶形式进入等离子体的轴向通道，在高温和惰性气体中被充分蒸发、解离、原子化和电离，转化成带正电荷离子经离子采集系统进入质谱仪，质谱仪根据离子的质荷比进行分离并定性、定量分析。在一定质量浓度范围内，离子的质荷比所对应的信号响应值与其浓度成正比。采用校准曲线法定量测定样品溶液中待测元素的含量。

5 试剂和材料

警示——硝酸、硫酸具有强腐蚀性，操作时应戴防腐蚀手套，防止与皮肤接触。

说明：除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯化学试剂和符合GB/T 6682的分析实验室用水（一级水）。

5.1 过氧化钠（ Na_2O_2 ）。

5.2 无水碳酸钠（ Na_2CO_3 ）。

5.3 硝酸（ HNO_3 ）： $\rho=1.42\text{ g/mL}$ 。

5.4 硫酸（ H_2SO_4 ）： $\rho=1.84\text{ g/mL}$ 。

5.5 碳酸钠溶液（ 10 g/L ）：称取 10.0 g 无水碳酸钠（5.2）加水溶解，用水稀释至 1000 mL 。

5.6 硝酸溶液（1+99）：用 1 份硝酸（5.3）与 99 份水混合。

5.7 硫酸溶液（1+1）：量取 500 mL 水于 1000 mL 烧杯中，将 500 mL 硫酸（5.4）分五次沿杯壁缓缓加入烧杯中，边加边搅拌，必要时可冷却杯壁。溶液冷却后缓慢转移至 1000 mL 试剂瓶中。

5.8 单元素标准储备溶液：具体配制方法参见附录 A；也可购买市售有证的单元素标准溶液。

5.9 多元素混合标准储备溶液：直接分取单元素标准储备溶液（5.8）配制以下多元素混合标准储备溶液；也可用市售有证的多元素混合标准溶液稀释得到。配制的多元素混合标准储备溶液的元素组合、质量浓度见表 2。

表2 多元素混合标准储备溶液

单位为微克每毫升

元素组成	质量浓度
Tl	10
Y、La、Ce、Pr、Nd、Sm、Eu、Gd、 Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Lu	10

5.10 内标元素混合溶液：直接分取铯和铷单元素标准储备溶液（5.8）配制内标元素混合溶液，铯和铷的质量浓度为 10 ng/mL，溶液介质为 0.6 mol/L 盐酸溶液。

5.11 仪器调试储备溶液：直接分取单元素标准储备溶液（5.8）配制铍、钴、铟、铈、铀混合溶液（质量浓度为 10 μg/mL），溶液介质为 0.8 mol/L 硝酸溶液。

5.12 仪器调试溶液 1：分取仪器调试储备溶液（5.11）配制铍、钴、铟、铈、铀混合溶液（质量浓度为 200 ng/mL），溶液介质为 0.8 mol/L 硝酸溶液。

5.13 仪器调试溶液 2：分取仪器调试溶液（5.12）配制铍、钴、铟、铈、铀混合溶液（质量浓度为 1 ng/mL），溶液介质为 0.8 mol/L 硝酸溶液。

5.14 标准空白溶液：硝酸溶液（3+97），用 3 份硝酸（5.3）与 97 份水混合。

5.15 氩气[φ (Ar) ≥99.99%]。

6 仪器设备

6.1 电感耦合等离子体质谱仪：仪器能对范围为 5 u~250 u 质量数进行扫描，最小分辨率在 5%峰高处具 1 u 峰宽。某四极杆电感耦合等离子体质谱仪的参考工作条件见附录 B 中表 B.1。

6.2 马弗炉：最高温度可达到 1000 °C，控温精度±2 °C。

6.3 控温鼓风干燥箱：常温至 250 °C，控温精度±2 °C。

6.4 控温电热板：最高温度不低于 250 °C，控温精度±5 °C。

6.5 石墨坩埚：容积 30 mL。

6.6 分析天平：感量 0.1 mg。

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 97 μm。

7.2 样品应在 105 °C 条件下预干燥 2 h~4 h，置于干燥器中，冷却至室温。

7.3 称取 0.5 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，所用试剂应与样品试验取自同一试剂瓶，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

随同样品分析相同类型、含量相近的标准物质，制备验证试验溶液。

8.3 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。

8.4 样品分解

8.4.1 将样品（7.3）置于石墨坩埚中，加入 6 g 过氧化钠（5.1），再加入 1.5 g 无水碳酸钠（5.2），搅匀后，放入预先升温至 700 °C 高温炉中，熔融 15 min，取出坩埚，冷却后将石墨坩埚放入 250 mL 烧杯中。

8.4.2 用 80 °C 以上的水提取熔融物，洗净坩埚，置电热板上加热煮沸 3 min~5 min，取下冷却，调整体积 150 mL 左右，用慢速定量滤纸过滤，以热碳酸钠溶液（5.5）洗涤烧杯（3~4）次，洗涤沉淀（3~5）次，弃去滤液。

8.4.3 将原烧杯置于漏斗下，用 20 mL 沸硝酸溶液（5.6）分四次溶解沉淀，再用硝酸溶液（5.6）洗净滤纸，冷却后，加入 2 mL 硫酸溶液（5.7），移入 100 mL 容量瓶，加水稀释至刻度，摇匀。

8.4.4 分取 10 mL 样品溶液于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，待测。

8.5 校准溶液系列的配制

直接用单元素标准储备溶液（5.8）或混合标准储备溶液（5.9）配制多元素混合校准溶液；也可使用市售有证多元素混合校准溶液进行稀释。配制的多元素混合校准溶液的质量浓度见表3。

表3 校准溶液的质量浓度

单位为纳克每毫升

元素组成	系列0	系列1	系列2	系列3	系列4	系列5
Tl	0	5.00	10.0	50.0	100	500
Y、La、Ce、Pr、Nd、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、 Ho、Er、Tm、Yb、Lu	0	1.00	5.00	10.0	50.0	100

注：校准溶液中元素质量浓度可根据测定溶液中的元素质量浓度在确定的检测范围内进行调整。

8.6 测定

8.6.1 仪器启动稳定后，用仪器调试溶液（5.13）进行仪器参数最佳化调试，仪器灵敏度、氧化物产

率、双电荷离子产率等各项指数达到测试要求后，参照附录 B 中表 B.1 优化仪器工作条件。

8.6.2 建立分析方法，选择分析元素和内标（见附录 B 中表 B.2），编制样品分析表。

8.6.3 绘制校准曲线：以标准空白溶液（5.14）为零点，以多个质量浓度水平的校准溶液（8.5）建立校准曲线。校准曲线每点数据至少采集 3 次，取平均值。

8.6.4 测定每批样品时，同时测定空白溶液（8.1）、验证试验溶液（8.2）和平行试验溶液（8.3）。

9 试验数据处理

9.1 结果计算方法

样品中待测元素的含量以质量分数 $\omega(B)$ 计，数值以“ $\mu\text{g/g}$ ”表示时，按式（1）计算：

$$\omega(B) = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times V_0}{V_1 \times m \times 1000} \dots \dots \dots (1)$$

式中：

$\omega(B)$ ——样品中待测元素B的质量分数，单位为微克每克（ $\mu\text{g/g}$ ）；

ρ ——测定溶液中待测元素的质量浓度，单位为纳克每毫升（ ng/mL ）；

ρ_0 ——空白溶液（8.1）中待测元素的质量浓度，单位为纳克每毫升（ ng/mL ）；

V_0 ——制备溶液的总体积，单位为毫升（ mL ）；

V_1 ——分取制备溶液的体积，单位为毫升（ mL ）；

V ——测定溶液的体积，单位为毫升（ mL ）；

m ——称取样品的质量，单位为克（ g ）。

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

9.2 结果干扰校正

干扰校正系数k按式（2）计算：

$$k = \frac{\rho_{\text{eq}}}{\rho_{\text{in}}} \dots \dots \dots (2)$$

式中：

ρ_{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，单位为纳克每毫升（ ng/mL ）；

ρ_{in} ——干扰元素标准溶液的已知质量浓度，单位为纳克每毫升（ ng/mL ）；

待测元素的质量浓度 ρ_{tr} 按式（3）计算：

$$\rho_{\text{tr}} = \rho_{\text{gr}} - \sum_{j=0}^n k_{ij} \rho_{\text{sin}} \dots \dots \dots (3)$$

式中：

ρ_{tr} ——扣除干扰后的样品溶液中待测元素的质量浓度，单位为纳克每毫升（ ng/mL ）；

ρ_{gr} ——样品溶液中待测元素存在被干扰时测得的总质量浓度，单位为纳克每毫升（ ng/mL ）；

k_{ij} ——干扰元素j对待测元素i的干扰校正系数；

ρ_{sin} ——样品溶液中干扰元素的实测质量浓度，单位为纳克每毫升（ ng/mL ）。

10 精密度

10.1 按 GB/T 6379.2 规定的方法，选择 5 个不同类型、不同含量水平的试样，在 9 个实验室进行了方法精密度协作试验，9 家实验室对 5 个含量水平试样分别在重复性条件下测定 4 次结果统计得到的重复性和再现性即方法精密度数据统计结果见表 4 和附录 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的测定值，在表 4 给出的水平范围内，其绝对差值不超过重复性限 (r)，超过重复性限 (r) 的情况不超过 5%，重复性限 (r) 按表 4 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的测定值，在表 4 给出的水平范围内，其绝对差值不超过再现性限 (R)，超过再现性限的情况不超过 5%，再现性限 (R) 按表 4 所列方程式计算。

表4 方法精密度

单位为微克每克

元素	水平范围 m	重复性限 r	再现性限 R
Tl	1.13~75.7	$r=0.095\ 6+0.059\ 1m$	$R=0.151\ 6+0.123\ 6m$
Y	2.60~43.0	$r=0.114\ 8m^{0.938\ 2}$	$R=0.193\ 4m^{0.958\ 5}$
La	5.00~55.0	$r=0.064\ 8m^{1.088\ 6}$	$R=0.340\ 8+0.200\ 2m$
Ce	10.1~106	$r=0.124\ 7m^{0.869\ 5}$	$R=0.316\ 7m^{0.847\ 9}$
Pr	1.10~12.2	$r=0.031\ 7+0.110\ 6m$	$R=0.023\ 2+0.223m$
Nd	4.00~51.8	$r=0.104\ 6m^{0.973\ 6}$	$R=0.334\ 8+0.237\ 3m$
Sm	0.79~10.4	$r=0.045\ 8+0.063\ 3m$	$R=0.212\ 4m^{0.760\ 5}$
Eu	0.15~2.71	$r=0.020\ 9+0.091\ 1m$	$R=0.042\ 4+0.177m$
Gd	0.64~7.17	$r=0.112\ 3m^{0.669\ 2}$	$R=0.208\ 4m^{0.664\ 3}$
Tb	0.15~1.13	$r=0.137\ 2m^{0.734\ 4}$	$R=0.179\ 3m^{0.429\ 6}$
Dy	0.46~7.20	$r=0.158\ 7m^{0.726\ 4}$	$R=0.221\ 7m^{0.668\ 7}$
Ho	0.11~1.40	$r=0.088\ 2m^{0.635\ 7}$	$R=0.212\ 1m^{0.853\ 1}$
Er	0.23~4.60	$r=0.103\ 8m^{0.794\ 8}$	$R=0.226\ 2m^{0.707\ 5}$
Tm	0.040~0.74	$r=0.178\ 2m^{0.928\ 5}$	$R=0.235\ 9m^{0.836\ 6}$
Yb	0.28~5.10	$r=0.206\ 4m^{0.612}$	$R=0.283\ 1m^{0.561\ 6}$
Lu	0.060~0.78	$r=0.137\ 4m^{0.868\ 5}$	$R=0.246m^{0.866\ 6}$

注：精密度数据由9个实验室对5个水平的试样进行试验确定。

11 正确度

按GB/T 6379.4规定的方法，选择5个不同类型、不同含量水平的标准物质，在9个实验室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相关部分。

12 质量保证和控制

- 12.1 分析每批样品时,应同时采用空白试验、重复样分析、标准物质验证等方法进行质量保证与控制。
- 12.2 校准曲线一次拟合的相关系数大于或等于 0.999。
- 12.3 分析质量控制执行地质矿产实验室质量管理规范 (DZ/T 0130)。

附 录 A
(资料性)
元素标准储备溶液的配制

A.1 铍标准溶液 [ρ (Be) =0.500 mg/mL]

准确称取 0.694 0 g 经 1 000 °C 灼烧的光谱纯氧化铍 (BeO)，置于烧杯中，加入 50 mL 氢氟酸、25 mL 硫酸，加热至冒尽白烟，残渣用 200 mL 盐酸溶液 (1+1) 溶解。冷却后移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

A.2 钴标准溶液 [ρ (Co) =1.000 mg/mL]

准确称取 0.703 5 g 高纯三氧化二钴 (Co₂O₃)，置于烧杯中，加入 200 mL 盐酸溶液 (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。

A.3 铟标准溶液 [ρ (In) =1.000 mg/mL]

准确称取 0.500 0 g 高纯金属铟 (In)，置于烧杯中，加入 50 mL 浓盐酸溶解。将溶液移入 500 mL 容量瓶，用水稀释至刻度，摇匀。

A.4 铊标准溶液 [ρ (Tl) =1.000 mg/mL]

准确称取 0.558 5 g 经 105 °C 烘 2 h 的光谱纯三氧化二铊 (Tl₂O₃)，置于烧杯中，加入 50 mL 硝酸溶液 (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。

A.5 铀标准溶液 [ρ (U) =0.500 mg/mL]

准确称取 0.295 0 g 高纯八氧化三铀 (U₃O₈)，置于烧杯中，加入 100 mL 硝酸溶液 (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。

A.6 铑标准溶液 [ρ (Rh) =0.100 mg/mL]

准确称取 0.193 0 g 光谱纯氯铑酸铵[(NH₄)₃RhCl₆·1.5H₂O]，置于烧杯中，加入 50 mL 盐酸和少量氯化钠溶解。移入 500 mL 容量瓶中，用盐酸溶液 (1+9) 稀释至刻度，摇匀。

A.7 铼标准溶液 [ρ (Re) =1.000 mg/mL]

准确称取 1.440 6 g 高纯铼酸铵 (NH₄ReO₄)，置于烧杯中，用水溶解。移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

A. 8 钇标准溶液 [ρ (Y) =1.000 mg/mL]

准确称取 0.635 0 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 硝酸溶液 (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。

A. 9 镧标准溶液 [ρ (La) =1.000 mg/mL]

准确称取 0.586 5 g 经 850 °C 灼烧过的高纯三氧化二镧 (La_2O_3), 置于烧杯中, 用水润湿, 加入 100 mL 盐酸溶液 (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。

A. 10 铈标准溶液 [ρ (Ce) =1.000 mg/mL]

准确称取 0.614 0 g 经 850 °C 灼烧过的高纯二氧化铈 (CeO_2), 置于烧杯中, 加入 100 mL 硝酸溶液 (1+1), 并加入 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。

A. 11 镨标准溶液 [ρ (Pr) =1.000 mg/mL]

准确称取 0.604 0 g 高纯氧化镨 (Pr_6O_{11}) 于烧杯中, 加入 150 mL 王水溶液 (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。

A. 12 钕标准溶液 [ρ (Nd) =1.000 mg/mL]

准确称取 0.583 0 g 高纯三氧化二钕 (Nd_2O_3), 置于烧杯中, 加入 200 mL 盐酸溶液 (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。

A. 13 钐标准溶液 [ρ (Sm) =1.000 mg/mL]

准确称取 0.580 0 g 高纯三氧化二钐 (Sm_2O_3), 置于烧杯中, 加入 150 mL 王水溶液 (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。

A. 14 铕标准溶液 [ρ (Eu) =1.000 mg/mL]

准确称取 0.579 0 g 经 850 °C 灼烧过的光谱纯三氧化二铕 (Eu_2O_3), 置于烧杯中, 加入 150 mL 王水溶液 (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。

A. 15 钆标准溶液 [ρ (Gd) =1.000 mg/mL]

准确称取 0.576 5 g 经 850 °C 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

水溶液 (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。

A. 16 铽标准溶液 [ρ (Tb) =1.000 mg/mL]

准确称取 0.588 0 g 经 850 °C 灼烧过的高纯氧化铽 (Tb_4O_7)，置于烧杯中，加入 150 mL 王水溶液 (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。

A. 17 镝标准溶液 [ρ (Dy) =1.000 mg/mL]

准确称取 0.574 0 g 经 850 °C 灼烧过的光谱纯三氧化二镝 (Dy_2O_3)，置于烧杯中，加入 150 mL 王水溶液 (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。

A. 18 钬标准溶液 [ρ (Ho) =1.000 mg/mL]

准确称取 0.573 0 g 经 850 °C 灼烧过的高纯三氧化二钬 (Ho_2O_3)，置于烧杯中，加入 150 mL 王水溶液 (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。

A. 19 铒标准溶液 [ρ (Er) =1.000 mg/mL]

准确称取 0.572 0 g 经 850 °C 灼烧过的高纯三氧化二铒 (Er_2O_3)，置于烧杯中，加入 200 mL 盐酸溶液 (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。

A. 20 铥标准溶液 [ρ (Tm) =1.000 mg/mL]

准确称取 0.571 0 g 经 850 °C 灼烧过的光谱纯三氧化二铥 (Tm_2O_3)，置于烧杯中，加入 150 mL 王水溶液 (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。

A. 21 镱标准溶液 [ρ (Yb) =1.000 mg/mL]

准确称取 0.569 5 g 经 850 °C 灼烧过的高纯三氧化二镱 (Yb_2O_3)，置于烧杯中，加入 100 mL 盐酸溶液 (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。

A. 22 镥标准溶液 [ρ (Lu) =1.000 mg/mL]

准确称取 0.568 5 g 经 850 °C 灼烧过的高纯三氧化二镥 (Lu_2O_3)，置于烧杯中，加入 150 mL 王水溶液 (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。

附 录 B
(资料性)
仪器参考工作条件

以某四极杆电感耦合等离子体质谱仪为例，仪器参考工作条件见表B.1。各测定元素选用的分析同位素、内标同位素及干扰校正见表B.2。

表 B.1 电感耦合等离子体质谱分析仪参考工作条件

工作参数	设定值	工作参数	设定值
射频功率	1 200 W	泵速	35 r/min
雾化气流量	0.78 L/min	停留时间	10 ms
辅助气流量	1.1 L/min	采样深度	200 step
冷却气流量	13 L/min	采样锥孔径	1.0 mm
扫描方式	跳峰	截取锥孔径	0.8 mm

表 B.2 测定元素的分析同位素、内标同位素及干扰校正

测定元素	选用的同位素	内标元素	干扰元素	干扰系数
Tl	205	^{185}Re		
Y	89	^{103}Rh		
La	139	^{185}Re		
Ce	140	^{185}Re		
Pr	141	^{185}Re		
Nd	146	^{185}Re		
Sm	147	^{185}Re		
Eu	153	^{185}Re		
Gd	158	^{185}Re		
Tb	159	^{185}Re	Nd	0.003 8
Dy	163	^{185}Re		
Ho	165	^{185}Re	Sm	0.000 4
Er	168	^{185}Re		
Tm	169	^{185}Re	Eu	0.000 5
			Sm	0.000 5
Yb	174	^{185}Re		
Lu	175	^{185}Re	Tb	0.009 5

注：干扰系数根据仪器型号及每次测量时的仪器条件会有不同。

附录 C

(资料性)

实验室间精密度协作试验数据统计结果

通过准确度协作试验得到的方法与结果的准确度（正确度和精密度）统计结果见表C.1～表C.16。

表 C.1 伴生铌矿石样品中钼含量的协作试验统计结果

统计参数	水 平				
	GBW07834	GBW07240	GBW07311	GBW07302a	GBW07833
参加实验室数 (p)	9	9	9	9	9
可接受结果的实验室数 (p)	9	9	9	9	9
总平均值 (\bar{y}) ($\mu\text{g/g}$)	22.03	2.64	43.20	25.14	14.19
标准值 ($\mu\text{g/g}$)	22.0	2.60	43.0	25.0	14.1
相对误差 (RE) (%)	0.150	1.462	0.465	0.576	0.652
重复性标准差 S_r ($\mu\text{g/g}$)	0.746	0.086	1.011	0.956	0.681
重复性变异系数 (%)	3.385	3.251	2.340	3.801	4.801
重复性限 (r) ($2.8 \times S_r$) ($\mu\text{g/g}$)	2.110	0.243	2.859	2.703	1.927
再现性标准差 S_R ($\mu\text{g/g}$)	1.381	0.147	1.872	1.619	1.229
再现性变异系数 (%)	6.270	5.583	4.334	6.439	8.656
再现性限 (R) ($2.8 \times S_R$) ($\mu\text{g/g}$)	3.907	0.417	5.295	4.580	3.475
$\gamma = S_R / S_r$	1.852	1.718	1.852	1.694	1.803
A	0.677	0.680	0.677	0.681	0.678
测量方法偏倚 (δ)	0.033	0.038	0.200	0.144	0.092
$\delta - AS_R^a$	-0.902	-0.062	-1.067	-0.958	-0.741
$\delta + AS_R^a$	0.968	0.139	1.467	1.247	0.925

^a AS_R 为测量方法偏倚的95%置信区间。

表 C.2 伴生铌矿石样品中镧含量的协作试验统计结果

统计参数	水 平				
	GBW07834	GBW07240	GBW07311	GBW07302a	GBW07833
参加实验室数 (p)	9	9	9	9	9
可接受结果的实验室数 (p)	9	9	9	9	9
总平均值 (\bar{y}) ($\mu\text{g/g}$)	45.51	5.00	29.96	55.03	13.58
标准值 ($\mu\text{g/g}$)	45.9	5.00	30.0	55.0	13.4
相对误差 (RE) (%)	-0.847	0.040	-0.147	0.045	1.328
重复性标准差 S_r ($\mu\text{g/g}$)	1.170	0.091	1.123	1.496	0.699
重复性变异系数 (%)	2.571	1.822	3.747	2.719	5.146
重复性限 (r) ($2.8 \times S_r$) ($\mu\text{g/g}$)	3.310	0.258	3.175	4.232	1.976

表 C.2 伴生铊矿石样品中镧含量的协作试验统计结果 (续)

统计参数	水 平				
	GBW07834	GBW07240	GBW07311	GBW07302a	GBW07833
再现性标准差 S_R ($\mu\text{g/g}$)	2.309	0.205	2.059	3.041	1.301
再现性变异系数 (%)	5.073	4.093	6.875	5.526	9.580
再现性限 (R) ($2.8 \times S_R$) ($\mu\text{g/g}$)	6.530	0.579	5.825	8.601	3.679
$\gamma = S_R / S_r$	1.973	2.246	1.835	2.032	1.862
A	0.674	0.669	0.677	0.673	0.676
测量方法偏倚 (δ)	-0.389	0.002	-0.044	0.025	0.178
$\delta - AS_R^a$	-1.945	-0.135	-1.439	-2.021	-0.702
$\delta + AS_R^a$	1.167	0.139	1.350	2.071	1.058

^a AS_R 为测量方法偏倚的95%置信区间。

表 C.3 伴生铊矿石样品中铈含量的协作试验统计结果

统计参数	水 平				
	GBW07834	GBW07240	GBW07311	GBW07302a	GBW07833
参加实验室数 (p)	9	9	9	9	9
可接受结果的实验室数 (p)	9	9	9	9	9
总平均值 (\bar{y}) ($\mu\text{g/g}$)	95.8	10.2	58.3	105.5	22.6
标准值 ($\mu\text{g/g}$)	96.1	10.1	58.0	106	22.1
相对误差 (RE) (%)	-0.356	1.079	0.566	-0.477	2.475
重复性标准差 S_r ($\mu\text{g/g}$)	1.756	0.290	1.602	2.967	0.812
重复性变异系数 (%)	1.834	2.843	2.746	2.812	3.586
重复性限 (r) ($2.8 \times S_r$) ($\mu\text{g/g}$)	4.967	0.821	4.530	8.391	2.297
再现性标准差 S_R ($\mu\text{g/g}$)	3.458	0.634	4.668	6.520	2.080
再现性变异系数 (%)	3.612	6.213	8.003	6.180	9.185
再现性限 (R) ($2.8 \times S_R$) ($\mu\text{g/g}$)	9.782	1.794	13.204	18.441	5.884
$\gamma = S_R / S_r$	1.969	2.185	2.915	2.198	2.561
A	0.674	0.670	0.663	0.670	0.666
测量方法偏倚 (δ)	-0.342	0.109	0.328	-0.506	0.547
$\delta - AS_R^a$	-2.673	-0.316	-2.767	-4.874	-0.837
$\delta + AS_R^a$	1.990	0.534	3.422	3.863	1.932

^a AS_R 为测量方法偏倚的95%置信区间。

表 C.4 伴生铊矿石样品中镨含量的协作试验统计结果

统计参数	水 平				
	GBW07834	GBW07240	GBW07311	GBW07302a	GBW07833
参加实验室数 (p)	9	9	9	9	9
可接受结果的实验室数 (p)	9	9	9	9	8

表 C.4 伴生铈矿石样品中锆含量的协作试验统计结果（续）

统计参数	水 平				
	GBW07834	GBW07240	GBW07311	GBW07302a	GBW07833
总平均值 (\bar{y}) ($\mu\text{g/g}$)	12.20	1.15	7.28	11.65	3.03
标准值 ($\mu\text{g/g}$)	12.2	1.10	7.40	11.2	2.96
相对误差 (RE) (%)	-0.025	4.909	-1.568	4.018	2.196
重复性标准差 S_r ($\mu\text{g/g}$)	0.684	0.063	0.105	0.592	0.111
重复性变异系数 (%)	5.606	5.458	1.436	5.078	3.670
重复性限 (r) ($2.8 \times S_r$) ($\mu\text{g/g}$)	1.934	0.178	0.296	1.673	0.314
再现性标准差 S_R ($\mu\text{g/g}$)	1.393	0.114	0.266	1.154	0.175
再现性变异系数 (%)	11.420	9.886	3.649	9.902	5.784
再现性限 (R) ($2.8 \times S_R$) ($\mu\text{g/g}$)	3.940	0.323	0.752	3.263	0.495
$\gamma = S_R / S_r$	2.037	1.811	2.542	1.950	1.576
A	0.673	0.678	0.666	0.674	0.685
测量方法偏倚 (δ)	-0.003	0.054	-0.116	0.450	0.065
$\delta - AS_R^a$	-0.940	-0.023	-0.293	-0.328	-0.055
$\delta + AS_R^a$	0.934	0.131	0.061	1.228	0.185

^a AS_R 为测量方法偏倚的95%置信区间。

表 C.5 伴生铈矿石样品中钨含量的协作试验统计结果

统计参数	水 平				
	GBW07834	GBW07240	GBW07311	GBW07302a	GBW07833
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}) ($\mu\text{g/g}$)	50.89	4.03	27.01	36.46	12.30
标准值 ($\mu\text{g/g}$)	51.8	4.00	27.0	37.0	12.1
相对误差 (RE) (%)	-1.749	0.725	0.022	-1.465	1.653
重复性标准差 S_r ($\mu\text{g/g}$)	1.455	0.107	1.123	0.960	0.694
重复性变异系数 (%)	2.858	2.664	4.160	2.633	5.645
重复性限 (r) ($2.8 \times S_r$) ($\mu\text{g/g}$)	4.115	0.304	3.178	2.715	1.964
再现性标准差 S_R ($\mu\text{g/g}$)	3.029	0.195	2.088	2.373	1.469
再现性变异系数 (%)	5.951	4.828	7.732	6.510	11.947
再现性限 (R) ($2.8 \times S_R$) ($\mu\text{g/g}$)	8.566	0.550	5.906	6.713	4.156
$\gamma = S_R / S_r$	2.082	1.812	1.859	2.473	2.116
A	0.672	0.678	0.677	0.667	0.671
测量方法偏倚 (δ)	-0.906	0.029	0.006	-0.542	0.200
$\delta - AS_R^a$	-2.941	-0.102	-1.407	-2.124	-0.786
$\delta + AS_R^a$	1.129	0.161	1.418	1.040	1.186

^a AS_R 为测量方法偏倚的95%置信区间。

表 C.6 伴生铊矿石样品中钨含量的协作试验统计结果

统计参数	水 平				
	GBW07834	GBW07240	GBW07311	GBW07302a	GBW07833
参加实验室数 (p)	9	9	9	9	9
可接受结果的实验室数 (p)	9	9	9	9	8
总平均值 (\bar{y}) ($\mu\text{g/g}$)	10.49	0.81	6.12	6.07	2.51
标准值 ($\mu\text{g/g}$)	10.4	0.79	6.20	6.10	2.53
相对误差 (RE) (%)	0.904	2.785	-1.242	-0.459	-0.949
重复性标准差 S_r ($\mu\text{g/g}$)	0.389	0.034	0.106	0.086	0.086
重复性变异系数 (%)	3.707	4.236	1.731	1.419	3.441
重复性限 (r) ($2.8 \times S_r$) ($\mu\text{g/g}$)	1.100	0.097	0.300	0.244	0.244
再现性标准差 S_R ($\mu\text{g/g}$)	0.683	0.072	0.248	0.209	0.151
再现性变异系数 (%)	6.509	8.860	4.055	3.443	6.006
再现性限 (R) ($2.8 \times S_R$) ($\mu\text{g/g}$)	1.932	0.203	0.702	0.591	0.426
$\gamma = S_R/S_r$	1.756	2.092	2.342	2.426	1.746
A	0.679	0.672	0.668	0.667	0.680
测量方法偏倚 (δ)	0.094	0.022	-0.077	-0.028	-0.024
$\delta - AS_R^a$	-0.370	-0.026	-0.243	-0.167	-0.126
$\delta + AS_R^a$	0.558	0.070	0.089	0.112	0.078

^a AS_R 为测量方法偏倚的95%置信区间。

表 C.7 伴生铊矿石样品中钨含量的协作试验统计结果

统计参数	水 平				
	GBW07834	GBW07240	GBW07311	GBW07302a	GBW07833
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	8
总平均值 (\bar{y}) ($\mu\text{g/g}$)	2.78	0.16	0.62	0.28	0.17
标准值 ($\mu\text{g/g}$)	2.71	0.15	0.60	0.28	0.16
相对误差 (RE) (%)	2.546	4.000	4.000	0.357	3.125
重复性标准差 S_r ($\mu\text{g/g}$)	0.092	0.012	0.028	0.019	0.012
重复性变异系数 (%)	3.327	7.731	4.418	6.848	7.011
重复性限 (r) ($2.8 \times S_r$) ($\mu\text{g/g}$)	0.262	0.034	0.078	0.055	0.033
再现性标准差 S_R ($\mu\text{g/g}$)	0.199	0.026	0.051	0.030	0.026
再现性变异系数 (%)	7.164	16.365	8.146	10.828	15.922
再现性限 (R) ($2.8 \times S_R$) ($\mu\text{g/g}$)	0.563	0.072	0.144	0.086	0.074
$\gamma = S_R/S_r$	2.153	2.118	1.844	1.581	2.270
A	0.671	0.671	0.677	0.685	0.669
测量方法偏倚 (δ)	0.069	0.006	0.024	0.001	0.005
$\delta - AS_R^a$	-0.064	-0.011	-0.010	-0.019	-0.012

表 C.7 伴生铊矿石样品中钨含量的协作试验统计结果 (续)

统计参数	水 平				
	GBW07834	GBW07240	GBW07311	GBW07302a	GBW07833
$\delta + AS_R^a$	0.203	0.023	0.059	0.022	0.023

^a AS_R 为测量方法偏倚的95%置信区间。

表 C.8 伴生铊矿石样品中钨含量的协作试验统计结果

统计参数	水 平				
	GBW07834	GBW07240	GBW07311	GBW07302a	GBW07833
参加实验室数 (p)	9	9	9	9	9
可接受结果的实验室数 (p)	9	9	9	9	8
总平均值 (\bar{y}) ($\mu\text{g/g}$)	7.12	0.63	5.98	4.88	2.31
标准值 ($\mu\text{g/g}$)	7.17	0.64	5.90	4.80	2.35
相对误差 (RE) (%)	-0.656	-1.250	1.356	1.729	-1.872
重复性标准差 S_r ($\mu\text{g/g}$)	0.142	0.026	0.128	0.105	0.091
重复性变异系数 (%)	1.995	4.152	2.137	2.150	3.936
重复性限 (r) ($2.8 \times S_r$) ($\mu\text{g/g}$)	0.402	0.074	0.362	0.297	0.257
再现性标准差 S_R ($\mu\text{g/g}$)	0.241	0.050	0.239	0.223	0.150
再现性变异系数 (%)	3.389	7.947	4.002	4.572	6.484
再现性限 (R) ($2.8 \times S_R$) ($\mu\text{g/g}$)	0.683	0.142	0.677	0.631	0.423
$\gamma = S_R / S_r$	1.699	1.914	1.873	2.126	1.647
A	0.681	0.675	0.676	0.671	0.683
测量方法偏倚 (δ)	-0.047	-0.008	0.080	0.083	-0.044
$\delta - AS_R^a$	-0.212	-0.042	-0.082	-0.067	-0.146
$\delta + AS_R^a$	0.117	0.026	0.242	0.232	0.058

^a AS_R 为测量方法偏倚的95%置信区间。

表 C.9 伴生铊矿石样品中钨含量的协作试验统计结果

统计参数	水 平				
	GBW07834	GBW07240	GBW07311	GBW07302a	GBW07833
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}) ($\mu\text{g/g}$)	0.94	0.15	1.10	0.82	0.42
标准值 ($\mu\text{g/g}$)	0.93	0.15	1.13	0.80	0.41
相对误差 (RE) (%)	0.75	0.67	-2.30	2.50	1.71
重复性标准差 S_r ($\mu\text{g/g}$)	0.038	0.012	0.066	0.038	0.027
重复性变异系数 (%)	4.02	8.03	5.97	4.68	6.48
重复性限 (r) ($2.8 \times S_r$) ($\mu\text{g/g}$)	0.105	0.034	0.185	0.107	0.076
再现性标准差 S_R ($\mu\text{g/g}$)	0.052	0.030	0.089	0.050	0.041

表 C.9 伴生铈矿石样品中铈含量的协作试验统计结果 (续)

统计参数	水 平				
	GBW07834	GBW07240	GBW07311	GBW07302a	GBW07833
再现性变异系数 (%)	5.57	19.81	8.10	6.14	9.89
再现性限 (R) ($2.8 \times S_R$) ($\mu\text{g/g}$)	0.146	0.084	0.251	0.141	0.116
$\gamma = S_R / S_r$	1.387	2.467	1.357	1.311	1.526
A	0.695	0.667	0.696	0.699	0.687
测量方法偏倚 (δ)	0.007	0.001	-0.026	0.020	0.007
$\delta - AS_R^a$	-0.029	-0.019	-0.088	-0.015	-0.021
$\delta + AS_R^a$	0.043	0.021	0.036	0.055	0.036

^a AS_R 为测量方法偏倚的95%置信区间。

表 C.10 伴生铈矿石样品中镨含量的协作试验统计结果

统计参数	水 平				
	GBW07834	GBW07240	GBW07311	GBW07302a	GBW07833
参加实验室数 (p)	9	9	9	9	9
可接受结果的实验室数 (p)	9	9	9	9	9
总平均值 (\bar{y}) ($\mu\text{g/g}$)	4.34	0.46	7.16	4.61	2.16
标准值 ($\mu\text{g/g}$)	4.40	0.46	7.20	4.70	2.11
相对误差 (RE) (%)	-1.27	0.22	-0.58	-1.83	2.61
重复性标准差 S_r ($\mu\text{g/g}$)	0.191	0.027	0.174	0.170	0.132
重复性变异系数 (%)	4.39	5.92	2.43	3.69	6.08
重复性限 (r) ($2.8 \times S_r$) ($\mu\text{g/g}$)	0.534	0.076	0.488	0.477	0.369
再现性标准差 S_R ($\mu\text{g/g}$)	0.242	0.042	0.261	0.188	0.163
再现性变异系数 (%)	5.56	9.21	3.64	4.08	7.51
再现性限 (R) ($2.8 \times S_R$) ($\mu\text{g/g}$)	0.676	0.119	0.730	0.527	0.455
$\gamma = S_R / S_r$	1.266	1.555	1.497	1.104	1.235
A	0.702	0.686	0.689	0.717	0.705
测量方法偏倚 (δ)	-0.056	0.001	-0.042	-0.086	0.055
$\delta - AS_R^a$	-0.225	-0.028	-0.222	-0.221	-0.060
$\delta + AS_R^a$	0.114	0.030	0.137	0.049	0.169

^a AS_R 为测量方法偏倚的95%置信区间。

表 C.11 伴生铈矿石样品中钆含量的协作试验统计结果

统计参数	水 平				
	GBW07834	GBW07240	GBW07311	GBW07302a	GBW07833
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	8
总平均值 (\bar{y}) ($\mu\text{g/g}$)	0.85	0.12	1.42	0.97	0.46

表 C.11 伴生铊矿石样品中钨含量的协作试验统计结果 (续)

统计参数	水 平				
	GBW07834	GBW07240	GBW07311	GBW07302a	GBW07833
标准值 ($\mu\text{g/g}$)	0.85	0.11	1.40	0.96	0.45
相对误差 (RE) (%)	0.353	5.455	1.286	0.938	1.556
重复性标准差 S_r ($\mu\text{g/g}$)	0.019	0.008	0.055	0.029	0.020
重复性变异系数 (%)	2.188	7.314	3.895	2.965	4.388
重复性限 (r) ($2.8 \times S_r$) ($\mu\text{g/g}$)	0.053	0.024	0.156	0.081	0.057
再现性标准差 S_R ($\mu\text{g/g}$)	0.052	0.013	0.141	0.063	0.037
再现性变异系数 (%)	6.067	11.239	9.920	6.533	8.072
再现性限 (R) ($2.8 \times S_R$) ($\mu\text{g/g}$)	0.146	0.037	0.398	0.179	0.104
$\gamma = S_R / S_r$	2.773	1.537	2.547	2.203	1.839
A	0.664	0.687	0.666	0.670	0.677
测量方法偏倚 (δ)	0.003	0.006	0.018	0.009	0.007
$\delta - AS_R^a$	-0.032	-0.003	-0.076	-0.034	-0.018
$\delta + AS_R^a$	0.037	0.015	0.112	0.051	0.032

^a AS_R 为测量方法偏倚的95%置信区间。

表 C.12 伴生铊矿石样品中钼含量的协作试验统计结果

统计参数	水 平				
	GBW07834	GBW07240	GBW07311	GBW07302a	GBW07833
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}) ($\mu\text{g/g}$)	2.51	0.24	4.58	3.10	1.29
标准值 ($\mu\text{g/g}$)	2.53	0.23	4.6	3.1	1.33
相对误差 (RE) (%)	-0.988	4.348	-0.348	0.032	-2.857
重复性标准差 S_r ($\mu\text{g/g}$)	0.078	0.011	0.105	0.097	0.051
重复性变异系数 (%)	3.115	4.579	2.286	3.138	3.947
重复性限 (r) ($2.8 \times S_r$) ($\mu\text{g/g}$)	0.221	0.031	0.296	0.275	0.144
再现性标准差 S_R ($\mu\text{g/g}$)	0.139	0.027	0.219	0.182	0.121
再现性变异系数 (%)	5.558	11.200	4.775	5.856	9.327
再现性限 (R) ($2.8 \times S_R$) ($\mu\text{g/g}$)	0.394	0.076	0.619	0.514	0.341
$\gamma = S_R / S_r$	1.784	2.446	2.089	1.866	2.363
A	0.678	0.667	0.672	0.676	0.668
测量方法偏倚 (δ)	-0.025	0.010	-0.016	0.001	-0.038
$\delta - AS_R^a$	-0.119	-0.008	-0.163	-0.122	-0.118
$\delta + AS_R^a$	0.069	0.028	0.131	0.124	0.043

^a AS_R 为测量方法偏倚的95%置信区间。

表 C.13 伴生铈矿石样品中铈含量的协作试验统计结果

统计参数	水 平				
	GBW07834	GBW07240	GBW07311	GBW07302a	GBW07833
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	8
总平均值 (\bar{y}) ($\mu\text{g/g}$)	0.355	0.043	0.742	0.54	0.20
标准值 ($\mu\text{g/g}$)	0.35	0.040	0.74	0.55	0.19
相对误差 (RE) (%)	1.43	7.50	0.41	-1.82	3.16
重复性标准差 S_r ($\mu\text{g/g}$)	0.022	0.003	0.043	0.033	0.022
重复性变异系数 (%)	6.20	6.60	5.74	6.15	11.14
重复性限 (r) ($2.8 \times S_r$) ($\mu\text{g/g}$)	0.062	0.008	0.119	0.093	0.061
再现性标准差 S_R ($\mu\text{g/g}$)	0.041	0.005	0.055	0.045	0.028
再现性变异系数 (%)	11.50	11.91	7.36	8.35	14.42
再现性限 (R) ($2.8 \times S_R$) ($\mu\text{g/g}$)	0.114	0.014	0.153	0.126	0.079
$\gamma = S_R / S_r$	1.854	1.807	1.283	1.357	1.295
A	0.677	0.678	0.701	0.696	0.700
测量方法偏倚 (δ)	0.005	0.003	0.003	-0.010	0.006
$\delta - AS_R^a$	-0.023	-0.001	-0.036	-0.042	-0.014
$\delta + AS_R^a$	0.032	0.006	0.041	0.021	0.026

^a AS_R 为测量方法偏倚的95%置信区间。

表 C.14 伴生铈矿石样品中铈含量的协作试验统计结果

统计参数	水 平				
	GBW07834	GBW07240	GBW07311	GBW07302a	GBW07833
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}) ($\mu\text{g/g}$)	2.27	0.28	5.13	3.61	1.30
标准值 ($\mu\text{g/g}$)	2.29	0.28	5.10	3.60	1.29
相对误差 (RE) (%)	-0.70	-0.36	0.53	0.31	1.09
重复性标准差 S_r ($\mu\text{g/g}$)	0.174	0.030	0.174	0.136	0.088
重复性变异系数 (%)	7.66	10.92	3.39	3.77	6.71
重复性限 (r) ($2.8 \times S_r$) ($\mu\text{g/g}$)	0.488	0.085	0.487	0.381	0.245
再现性标准差 S_R ($\mu\text{g/g}$)	0.208	0.045	0.238	0.167	0.126
再现性变异系数 (%)	9.13	16.07	4.64	4.63	9.63
再现性限 (R) ($2.8 \times S_R$) ($\mu\text{g/g}$)	0.582	0.125	0.666	0.468	0.351
$\gamma = S_R / S_r$	1.192	1.471	1.370	1.227	1.434
A	0.708	0.690	0.696	0.706	0.692
测量方法偏倚 (δ)	-0.016	-0.001	0.027	0.011	0.014
$\delta - AS_R^a$	-0.163	-0.032	-0.138	-0.107	-0.073

表 C.14 伴生铊矿石样品中镱含量的协作试验统计结果（续）

统计参数	水 平				
	GBW07834	GBW07240	GBW07311	GBW07302a	GBW07833
$\delta + AS_R^a$	0.132	0.030	0.193	0.129	0.101

^a AS_R 为测量方法偏倚的95%置信区间。

表 C.15 伴生铊矿石样品中镱含量的协作试验统计结果

统计参数	水 平				
	GBW07834	GBW07240	GBW07311	GBW07302a	GBW07833
参加实验室数 (p)	9	9	9	9	9
可接受结果的实验室数 (p)	8	8	9	9	8
总平均值 (\bar{y}) ($\mu\text{g/g}$)	0.32	0.059	0.80	0.57	0.201
标准值 ($\mu\text{g/g}$)	0.33	0.060	0.78	0.57	0.20
相对误差 (RE) (%)	-3.636	-1.667	2.692	0.702	0.500
重复性标准差 S_r ($\mu\text{g/g}$)	0.022	0.004	0.033	0.030	0.014
重复性变异系数 (%)	6.836	6.107	4.150	5.207	6.917
重复性限 (r) ($2.8 \times S_r$) ($\mu\text{g/g}$)	0.062	0.010	0.094	0.085	0.039
再现性标准差 S_R ($\mu\text{g/g}$)	0.040	0.007	0.061	0.053	0.023
再现性变异系数 (%)	12.646	11.272	7.581	9.242	11.642
再现性限 (R) ($2.8 \times S_R$) ($\mu\text{g/g}$)	0.114	0.019	0.172	0.150	0.066
$\gamma = S_R/S_r$	1.850	1.846	1.827	1.775	1.683
A	0.677	0.677	0.677	0.679	0.682
测量方法偏倚 (δ)	-0.012	-0.001	0.021	0.004	0.001
$\delta - AS_R^a$	-0.039	-0.005	-0.020	-0.032	-0.015
$\delta + AS_R^a$	0.016	0.004	0.062	0.040	0.017

^a AS_R 为测量方法偏倚的95%置信区间。

表 C.16 伴生铊矿石样品中铊含量的协作试验统计结果

统计参数	水 平				
	GBW07834	GBW07240	GBW07311	GBW07302a	GBW07833
参加实验室数 (p)	9	9	9	9	9
可接受结果的实验室数 (p)	9	9	9	8	8
总平均值 (\bar{y}) ($\mu\text{g/g}$)	75.24	4.97	2.92	1.83	1.16
标准值 ($\mu\text{g/g}$)	75.7	5.00	2.90	1.85	1.13
相对误差 (RE) (%)	-0.602	-0.620	0.724	-0.865	2.478
重复性标准差 S_r ($\mu\text{g/g}$)	1.638	0.119	0.108	0.075	0.055
重复性变异系数 (%)	2.178	2.397	3.701	4.094	4.713
重复性限 (r) ($2.8 \times S_r$) ($\mu\text{g/g}$)	4.634	0.337	0.306	0.212	0.154
再现性标准差 S_R ($\mu\text{g/g}$)	3.800	0.208	0.180	0.141	0.109

表 C.16 伴生铈矿石样品中铈含量的协作试验统计结果（续）

统计参数	水 平				
	GBW07834	GBW07240	GBW07311	GBW07302a	GBW07833
再现性变异系数 (%)	5.051	4.181	6.155	7.710	9.399
再现性限 (R) ($2.8 \times S_R$) ($\mu\text{g/g}$)	10.749	0.588	0.509	0.400	0.308
$\gamma = S_R / S_r$	2.319	1.744	1.663	1.883	1.994
A	0.668	0.680	0.682	0.676	0.674
测量方法偏倚 (δ)	-0.456	-0.031	0.021	-0.016	0.028
$\delta - AS_R^a$	-2.996	-0.172	-0.102	-0.112	-0.045
$\delta + AS_R^a$	2.084	0.110	0.144	0.079	0.101

^a AS_R 为测量方法偏倚的95%置信区间。