国家标准

镍化学分析方法

第11部分 镁、铝、锰、钴、铜、锌、

铜、镉、锡、锑、铅、铋量的测定

电感耦合等离子体质谱法》

编制说明

标准编制组

2018年8月10日

镍化学分析方法

第11部分 镁、铝、锰、钴、铜、锌、

铜、镉、锡、锑、铅、铋量的测定

电感耦合等离子体质谱法》

—编制说明

**一、任务来源**

根据国标委综合〔2016〕76号和有色标委[2017]25号下达的国家标准项目计划，经全国有色金属标准化技术委员会在2017年8月22日～24日在山东泰安召开任务落实和讨论会议，并对标准计划项目的分工和进度进行了安排。确定由金川集团股份有限公司和北矿检测技术有限公司负责国家标准《镍化学分析方法 第X部分：铜、铁、钴、铅、锌、镉、锰、镁、铝、砷、锑、铋、锡量的测定 电感耦合等离子体质谱法》 的起草，北京有色金属研究总院、广东省工业分析检测中心、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、西北有色金属研究院、有研亿金新材料有限公司、广东先导稀材股份有限公司参加协同试验，计划号为20161645-T-610，项目计划完成时间为2019年。

根据试验情况，标准名称调整为《镍化学分析方法 第X部分：镁、铝、锰、钴、铜、锌、镉、锡、锑、铅、铋量的测定 电感耦合等离子体质谱法》

**二、 标准编写原则和编写格式**

本标准是根据GB/T1.1-2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写规则》和GB/T20001.4-2001《标准编写规则 第4部分：化学分析方法》的要求进行编写。

按照GB/T 6379.2-2004 《测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法 》确定方法的重现性和再现性。

**三、标准编写的目的和意义**

现行《镍化学分析方法》以单一元素逐个分析的原子吸收法、萃取分光光度法，和依赖于氧化镍光谱标准样品的电弧直读发射光谱法为主，耗时费力，检测效率低下。目前，电感耦合等离子体质谱分析已成为全国各实验室进行微量及痕量检测项目分析的主流手段，在实验室的拥有率远大于电弧直读发射光谱仪，该设备具有检测效率高，抗干扰能力强，检出限低等优势，可以不依赖于镍标准样品进行检测工作，建立电感耦合等离子质谱法测定镍中杂质元素的方法，能更好的满足不同装备水平的实验室对镍产品的检测需求。

**四、国内外有关情况**

《镍化学分析方法》国家标准目前包含10个部分，共计17个元素，1~5部分为单一元素分析方法，第6、7部分为其余10个元素的分析方法，第8和9 部分为碳硫分析方法，第10部分则为可同时分析13个元素的电弧直度光谱分析方法，该分析方法检测效率高，但必须依赖于镍的氧化物光谱标准样品才能开展检测工作，购置设备时也需针对镍的检测项目进行配置，其应用受到一定的限制。

电感耦合等离子体质谱法是近期和未来微量和痕量组分分析的主要手段，国内外没有电感耦合等离子质谱法测定镍中各杂质元素的相关分析标准，新研究建立电感耦合等离子质谱法测定镍中杂质元素的标准方法与现行国家标准为补充关系，比现行的化学方法效率高、检出下限低，更能满足产品生产和贸易需求，技术手段处于国内领先水平。

没有发现有知识产权的问题。

**五、主要工作过程（包括工作分工、各阶段工作过程、征求意见单位等）**

**1、工作分工**

依据2017年8月22日～24日在山东泰安召开的任务落实会议纪要安排，由金川集团股份有限公司、北京矿冶研究总院负责起草；北京有色金属研究总院、广东省工业分析检测中心、中金岭南韶关冶炼厂、西北有色金属研究院为一验单位；有研亿金新材料有限公司和广东先导稀材股份有限公司为二验单位。

金川集团股份有限公司负责提供样品。

**2、标准起草过程**

2.1依据任务落实会议中各参会单位的讨论，确定镍中各元素的测定范围为0.0001%~0.005%。

2.2起草单位金川集团股份有限公司展开了所负责方法的研究工作，包括文献查询、实验方案的确定，根据实验方案，开展该标准方法的分析条件优化选择试验、共存元素的干扰考察及消除试验、方法的准确度、精密度试验等一系列工作，工作过程中发现镍基体对砷的测定存在干扰，采用基体匹配法、标准加入法和内标法均无法消除，虽然采用系列标准样品绘制工作曲线可实现砷的测定，但依赖于标样的分析方法必然在应用中受到限制；铁的测定不能在仪器的标准模式下实现其测定，通常采用动态反应池或碰撞池条件下实现其测定，使用气体有H2、He2、氨气等种类，而各实验室所选仪器类型的不同，配置也不一样，无法在标准中予以统一。上述实验结论，由共同起草单位北矿检测技术有限公司对实验内容进行再次研究确认，结论相同。因此，确定检测项目中的砷和铁不列入该标准方法中。

2.3各项实验内容完成后，于2018年5月底形成实验报告和标准预审稿，随即将验证样品、实验报告和标准讨论稿交与各参加起草单位开展验证工作。

2.4 各实验室先后于2018年7月全部完成验证工作，负责起草单位金川集团股份有限公司对验证数据开展统计整理。

2.5 2018年8月，在宁夏银川召开标准评审会议，对其标准讨论稿进行讨论及征求意见。

2.6 2018年？月，在？？？、召开标准审定会议。

**3、主要实验内容**

开展了待测元素质量数的选择和仪器工作条件的优化，通过对标准样品的分析，考察了镍基体对各元素测定的影响，试验对比了基体匹配法、标准加入法和内标法消除镍基体干扰的效果，确定标准曲线内标法可以有效消除镍基体的干扰，并进行了方法检出限试验，样品的精密度实验、标准样品分析和加标回收实验的结果好，能满足镍中各待测元素的检测需求，具体实验内容详见《镍化学分析方法 第11部分 镁、铝、锰、钴、铜、锌、铜、镉、锡、锑、铅、铋量的测定 电感耦合等离子体质谱法》实验报告。

**4、协同实验**

4.1精密度试验

为了确定《镍化学分析方法 第11部分 镁、铝、锰、钴、铜、锌、铜、镉、锡、锑、铅、铋量的测定 电感耦合等离子体质谱法》中各元素测定的重复性与再现性，8个实验室对各待测元素4~5个水平的粗氢氧化镍样品进行了协同试验，每个实验室对每个水平均报告了7~11个试验结果。根据国家标准GB/T 6379.2-2004确定标准测量方法的重复性和再现性的基本方法（ISO 5725-2：1994，IDT）的规定，对收到的全部数据进行了统计分析。各实验室的统计结果见表1~11。

表1 各实验室ICP-MS法测定镍中镁的平均值和标准偏差（%）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *i* No. |  | 水平 j（ppm） | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 |
| 金川集团股份有限公司 | 均值 | 1.511 | 5.09 | 9.78 | 49.00 |
| s | 0.252 | 0.18 | 0.27 | 1.12 |
| 北矿院(一验） | 均值 | **2.17** | 5.04 | 9.99 | 48.36 |
| s | 0.12 | 0.09 | 0.46 | 2.06 |
| 西北有色金属研究院一验 | 均值 | 1.356 | 5.37 | 9.04 | 53.11 |
| s | 0.133 | 0.15 | 0.28 | 1.27 |
| 广东分析测试中心 (一验） | 均值 | 1.500 | 4.789 | 7.79 | 45.78 |
| s | 0.187 | 0.21 | 0.25 | 1.39 |
| 国标（北京）检验认证有限公司(一验） | 均值 | 1.836 | 5.06 | 10.23 | 50.54 |
| s | 0.216 | 0.17 | 0.77 | 1.18 |
| 中金岭南韶关冶炼厂(一验） | 均值 | 1.414 | 4.96 | 10.03 | 49.14 |
| s | 0.135 | 0.10 | 0.44 | 1.35 |
| 有研亿金新材料有限公司（二验） | 均值 | 1.636 | 5.00 | 10.12 | 49.94 |
| s | 0.169 | 0.12 | 0.19 | 0.72 |
| 广东先导稀材股份有限公司（二验） | 均值 | 1.256 | 5.01 | 8.25 | **40.83** |
| s | 0.015 | 0.136 | 0.07 | 0.52 |
| 经检验后参与统计的实验室  （黑体为离群值） | p | 8 | 8 | 8 | 7 |

表2 各实验室ICP-MS法测定镍中铝的平均值和标准偏差（%）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *i* No. |  | 水平 j | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 |
| 金川集团股份有限公司 | 均值 | 1.03 | 3.32 | 7.94 | 54.22 |
| s | 0.10 | 0.33 | 0.45 | 1.79 |
| 北矿院(一验） | 均值 | 1.01 | 3.28 | 7.98 | 55.72 |
| s | 0.04 | 0.22 | 0.52 | 0.79 |
| 西北有色金属研究院一验 | 均值 | 1.06 | 3.68 | 7.76 | 48.00 |
| s | 0.11 | 0.25 | 0.27 | 1.32 |
| 广东分析测试中心 (一验） | 均值 | 1.03 | 3.87 | 7.10 | 51.78 |
| s | 0.09 | 0.20 | 0.30 | 1.99 |
| 国标（北京）检验认证有限公司(一验） | 均值 | 1.07 | 3.52 | 7.66 | 53.57 |
| s | 0.13 | 0.28 | 0.46 | 0.54 |
| 中金岭南韶关冶炼厂(一验） | 均值 | 1.10 | **3.09** | 8.14 | 54.43 |
| s | 0.10 | 0.19 | 0.15 | 1.27 |
| 有研亿金新材料有限公司（二验） | 均值 | 1.09 | 3.57 | 8.07 | 56.59 |
| s | 0.10 | 0.20 | 0.19 | 1.75 |
| 广东先导稀材股份有限公司（二验） | 均值 | 1.04 | **2.98** | **6.13** | **46.56** |
| s | 0.088 | 0.052 | 0.04 | 0.43 |
| 经检验后参与统计的实验室  （黑体为离群值） | p | 8 | 6 | 7 | 7 |

表3 各实验室ICP-MS法测定镍中锰的平均值和标准偏差（%）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *i* No. |  | 水平 j | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 |
| 金川集团股份有限公司 | 均值 | 1.28 | 7.43 | 10.44 | 53.67 |
| s | 0.13 | 0.51 | 0.53 | 0.87 |
| 北矿院(一验） | 均值 | **2.17** | 8.38 | 10.49 | 53.24 |
| s | **0.16** | 0.35 | 0.27 | 1.63 |
| 西北有色金属研究院一验 | 均值 | 1.62 | 7.86 | 12.11 | **47.11** |
| s | 0.15 | 0.44 | 1.17 | 0.93 |
| 广东分析测试中心 (一验） | 均值 | 1.29 | 8.39 | 9.08 | 54.11 |
| s | 0.16 | 0.25 | 0.24 | 1.54 |
| 国标（北京）检验认证有限公司(一验） | 均值 | 1.26 | 8.09 | 10.37 | 53.32 |
| s | 0.14 | 0.50 | 0.52 | 0.73 |
| 中金岭南韶关冶炼厂(一验） | 均值 | 1.31 | 7.36 | 10.84 | 54.86 |
| s | 0.11 | 0.26 | 0.92 | 1.35 |
| 有研亿金新材料有限公司（二验） | 均值 | 1.37 | 7.97 | 10.19 | 52.99 |
| s | 0.11 | 0.17 | 0.27 | 0.94 |
| 广东先导稀材股份有限公司（二验） | 均值 | 1.16 | 7.13 | 9.33 | **46.32** |
| s | 0.007 | 0.035 | 0.07 | 0.25 |
| 经检验后参与统计的实验室  （黑体为离群值） | p | 7 | 8 | 8 | 6 |

表4 各实验室ICP-MS法测定镍中钴的平均值和标准偏差（%）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *i* No. |  | 水平 j | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 |
| 金川集团股份有限公司 | 均值 | 0.90 | 4.94 | 14.11 | 55.44 |
| s | 0.09 | 0.21 | 1.05 | 2.19 |
| 北矿院(一验） | 均值 | 1.03 | 5.01 | 15.12 | 55.16 |
| s | 0.06 | 0.12 | 0.39 | 2.74 |
| 西北有色金属研究院一验 | 均值 | 1.00 | 5.06 | 11.22 | 58.67 |
| s | 0.13 | 0.17 | 1.09 | 1.80 |
| 广东分析测试中心 (一验） | 均值 | 0.99 | 4.80 | 16.11 | **49.33** |
| s | 0.07 | 0.27 | 1.54 | **2.35** |
| 国标（北京）检验认证有限公司(一验） | 均值 | 0.90 | 4.98 | 11.55 | 51.18 |
| s | 0.09 | 0.20 | 0.76 | 1.89 |
| 中金岭南韶关冶炼厂(一验） | 均值 | 0.94 | 4.93 | 13.29 | 56.57 |
| s | 0.03 | 0.14 | 0.76 | 2.30 |
| 有研亿金新材料有限公司（二验） | 均值 | 0.91 | 5.10 | 15.00 | 56.71 |
| s | 0.09 | 0.16 | 0.38 | 1.34 |
| 广东先导稀材股份有限公司（二验） | 均值 | 1.03 | 4.98 | **6.973** | **49.29** |
| s | 0.085 | 0.199 | **0.126** | **0.49** |
| 经检验后参与统计的实验室  （黑体为离群值） | p | 8 | 8 | 7 | 6 |

表5 各实验室ICP-MS法测定镍中铜的平均值和标准偏差（%）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *i* No. |  | 水平 j | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 |
| 金川集团股份有限公司 | 均值 | 0.96 | 4.94 | 13.6 | 44.22 |
| s | 0.06 | 0.17 | 1.13 | 2.05 |
| 北矿院(一验） | 均值 | 0.97 | 4.90 | **17.4** | 48.27 |
| s | 0.07 | 0.16 | **0.36** | 2.67 |
| 西北有色金属研究院一验 | 均值 | 1.06 | 5.12 | 11.33 | **39.33** |
| s | 0.11 | 0.19 | 1.12 | **1.22** |
| 广东分析测试中心 (一验） | 均值 | 0.98 | 5.06 | 13.7 | 44.44 |
| s | 0.02 | 0.28 | 1.22 | 1.59 |
| 国标（北京）检验认证有限公司(一验） | 均值 | 0.98 | 4.99 | 12.17 | 50.55 |
| s | 0.08 | 0.19 | 0.84 | 0.99 |
| 中金岭南韶关冶炼厂(一验） | 均值 | 0.98 | 4.87 | 14.9 | 43.57 |
| s | 0.06 | 0.11 | 1.35 | 1.51 |
| 有研亿金新材料有限公司（二验） | 均值 | 1.02 | 5.00 | 12.6 | 46.71 |
| s | 0.08 | 0.14 | 0.57 | 0.68 |
| 广东先导稀材股份有限公司（二验） | 均值 | 1.01 | 4.99 | **18.047** | 50.30 |
| s | 0.086 | 0.093 | **0.199** | 0.58 |
| 经检验后参与统计的实验室  （黑体为离群值） | p | 8 | 8 | 6 | 7 |

表6 各实验室ICP-MS法测定镍中锌的平均值和标准偏差（%）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *i* No. |  | 水平 j | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 |
| 金川集团股份有限公司 | 均值 | 1.18 | 4.96 | 9.39 | 54.78 |
| s | 0.17 | 0.20 | 0.81 | 1.56 |
| 北矿院(一验） | 均值 | 1.23 | 5.06 | 9.82 | 55.84 |
| s | 0.09 | 0.07 | 0.84 | 2.95 |
| 西北有色金属研究院一验 | 均值 | 1.46 | 5.14 | 10.00 | **59.67** |
| s | 0.13 | 0.14 | 0.00 | **2.00** |
| 广东分析测试中心 (一验） | 均值 | 1.03 | 4.60 | 8.43 | 48.33 |
| s | 0.05 | 0.21 | 0.24 | 2.24 |
| 国标（北京）检验认证有限公司(一验） | 均值 | 1.29 | 4.98 | 8.56 | 52.99 |
| s | 0.19 | 0.19 | 0.30 | 0.83 |
| 中金岭南韶关冶炼厂(一验） | 均值 | 1.17 | 4.96 | 8.36 | 54.29 |
| s | 0.08 | 0.14 | 0.22 | 1.11 |
| 有研亿金新材料有限公司（二验） | 均值 | 1.31 | 5.00 | 9.01 | 52.61 |
| s | 0.07 | 0.13 | 0.43 | 0.69 |
| 广东先导稀材股份有限公司（二验） | 均值 | 1.58 | 4.91 | 8.99 | 47.71 |
| s | 0.040 | 0.176 | 0.12 | 0.16 |
| 经检验后参与统计的实验室  （黑体为离群值） | p | 8 | 8 | 8 | 7 |

表7 各实验室ICP-MS法测定镍中镉的平均值和标准偏差（%）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *i* No. |  | 水平 j | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 |
| 金川集团股份有限公司 | 均值 | 1.03 | 3.04 | 9.29 | 50.22 |
| s | 0.05 | 0.12 | 0.24 | 1.20 |
| 北矿院(一验） | 均值 | 0.99 | 3.23 | 9.33 | 49.79 |
| s | 0.02 | 0.21 | 0.32 | 1.90 |
| 西北有色金属研究院一验 | 均值 | 0.92 | **3.94** | 9.96 | 50.89 |
| s | 0.11 | **0.19** | 0.64 | 1.17 |
| 广东分析测试中心 (一验） | 均值 | 1.03 | 3.23 | 9.19 | 46.11 |
| s | 0.05 | 0.17 | 0.17 | 1.45 |
| 国标（北京）检验认证有限公司(一验） | 均值 | 1.06 | 2.94 | 8.91 | 54.05 |
| s | 0.05 | 0.20 | 0.46 | 0.74 |
| 中金岭南韶关冶炼厂(一验） | 均值 | 0.99 | 3.01 | 9.07 | 48.71 |
| s | 0.05 | 0.11 | 0.14 | 1.50 |
| 有研亿金新材料有限公司（二验） | 均值 | 0.85 | 3.20 | 9.63 | 51.17 |
| s | 0.43 | 0.13 | 0.18 | 1.07 |
| 广东先导稀材股份有限公司（二验） | 均值 | 1.05 | 2.99 | 8.42 | 44.29 |
| s | 0.083 | 0.025 | 0.05 | 0.20 |
| 经检验后参与统计的实验室  （黑体为离群值） | p | 8 | 7 | 8 | 8 |

表8 各实验室ICP-MS法测定镍中锡的平均值和标准偏差（%）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *i* No. |  | 水平 j | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 |
| 金川集团股份有限公司 | 均值 | 0.92 | 2.93 | 8.99 | 40.67 |
| s | 0.05 | 0.07 | 0.18 | 0.71 |
| 北矿院(一验） | 均值 | 1.22 | 3.28 | 9.48 | 40.07 |
| s | 0.04 | 0.20 | 0.40 | 0.84 |
| 西北有色金属研究院一验 | 均值 | 1.09 | 2.76 | **12.00** | **49.22** |
| s | 0.08 | 0.22 | **0.71** | **1.72** |
| 广东分析测试中心 (一验） | 均值 | 0.92 | 2.56 | 8.17 | 42.33 |
| s | 0.04 | 0.21 | 0.19 | 1.50 |
| 国标（北京）检验认证有限公司(一验） | 均值 | 0.99 | 3.03 | 9.68 | 45.92 |
| s | 0.06 | 0.27 | 0.58 | 0.67 |
| 中金岭南韶关冶炼厂(一验） | 均值 | 0.95 | 3.10 | 9.40 | 42.14 |
| s | 0.03 | 0.18 | 0.24 | 1.35 |
| 有研亿金新材料有限公司（二验） | 均值 | 1.14 | 2.98 | 9.32 | 44.00 |
| s | 0.08 | 0.26 | 0.24 | 0.95 |
| 广东先导稀材股份有限公司（二验） | 均值 | 0.94 | 2.57 | 8.17 | 43.95 |
| s | 0.009 | 0.028 | 0.06 | 0.56 |
| 经检验后参与统计的实验室  （黑体为离群值） | p | 8 | 8 | 7 | 7 |

表9 各实验室ICP-MS法测定镍中锑的平均值和标准偏差（%）

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *i* No. |  | 水平 j | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 |
| 金川集团股份有限公司 | 均值 | 1.08 | 7.63 | 13.78 | 32.78 |
| s | 0.04 | 0.11 | 0.44 | 0.83 |
| 北矿院(一验） | 均值 | 1.02 | **8.76** | 11.71 | 26.79 |
| s | 0.03 | **0.51** | 0.43 | 0.83 |
| 西北有色金属研究院一验 | 均值 | 1.07 | 6.82 | 13.33 | 28.67 |
| s | 0.11 | 0.39 | 1.32 | 1.66 |
| 广东分析测试中心  (一验） | 均值 | 1.10 | 7.06 | 12.11 | 29.11 |
| s | 0.11 | 0.30 | 1.54 | 1.27 |
| 国标（北京）检验认证有限公司(一验） | 均值 | 1.01 | 7.06 | 11.75 | 31.85 |
| s | 0.07 | 0.31 | 0.69 | 0.81 |
| 中金岭南韶关冶炼厂  (一验） | 均值 | 0.97 | 7.96 | 12.86 | 32.86 |
| s | 0.01 | 0.17 | 1.35 | 1.07 |
| 有研亿金新材料有限公司（二验） | 均值 | 1.01 | 6.99 | 12.32 | 30.52 |
| s | 0.09 | 0.22 | 0.32 | 0.55 |
| 广东先导稀材股份有限公司（二验） | 均值 | 1.02 | 6.40 | **8.9889** | **21.7544** |
| s | 0.09 | 0.046 | **0.0690** | **0.0945** |
| 经检验后参与统计的实验室  （黑体为离群值） | p | 8 | 7 | **7** | **7** |

表10 各实验室ICP-MS法测定镍中铅的平均值和标准偏差（%）

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *i* No. |  | 水平 j | | |  | |
| 1 | 2 | 3 | | 4 |
| 金川集团股份有限公司 | 均值 | 1.02 | 6.16 | 11.22 | | 49.00 |
| s | 0.05 | 0.21 | 0.44 | | 0.71 |
| 北矿院(一验） | 均值 | 1.02 | **8.44** | 12.68 | | 52.47 |
| s | 0.04 | **0.63** | 0.57 | | 1.26 |
| 西北有色金属研究院一验 | 均值 | 1.13 | 6.68 | 9.67 | | 52.11 |
| s | 0.07 | 0.33 | 0.87 | | 0.93 |
| 广东分析测试中心 (一验） | 均值 | 1.01 | 6.22 | 10.51 | | 48.00 |
| s | 0.05 | 0.23 | 0.77 | | 1.00 |
| 国标（北京）检验认证有限公司(一验） | 均值 | 1.04 | 6.36 | 10.83 | | 49.70 |
| s | 0.09 | 0.29 | 0.59 | | 0.81 |
| 中金岭南韶关冶炼厂(一验） | 均值 | 1.03 | 6.33 | 11.29 | | 49.43 |
| s | 0.08 | 0.21 | 1.11 | | 1.13 |
| 有研亿金新材料有限公司（二验） | 均值 | 1.01 | 5.97 | 9.95 | | 50.29 |
| s | 0.09 | 0.28 | 0.36 | | 0.74 |
| 广东先导稀材股份有限公司（二验） | 均值 | 1.05 | 5.82 | 9.24 | | 47.29 |
| s | 0.078 | 0.034 | 0.05 | | 0.23 |
| 经检验后参与统计的实验室  （黑体为离群值） | p | 8 | 7 | 8 | | 8 |

表11 各实验室ICP-MS法测定镍中铋的平均值和标准偏差（%）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *i* No. |  | 水平 j | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 |
| 金川集团股份有限公司 | 均值 | 1.01 | 7.47 | 10.78 | 48.44 |
| s | 0.07 | 0.22 | 0.44 | 0.73 |
| 北矿院(一验） | 均值 | 0.99 | 6.87 | 9.61 | 46.54 |
| s | 0.01 | 0.25 | 0.51 | 1.07 |
| 西北有色金属研究院一验 | 均值 | 0.98 | **7.91** | 10.78 | 48.00 |
| s | 0.11 | **0.35** | 0.83 | 0.71 |
| 广东分析测试中心 (一验） | 均值 | 1.00 | 7.49 | 10.41 | 45.78 |
| s | 0.04 | 0.19 | 0.75 | 1.39 |
| 国标（北京）检验认证有限公司(一验） | 均值 | 1.01 | 7.25 | 9.53 | 51.27 |
| s | 0.07 | 0.26 | 2.86 | 0.82 |
| 中金岭南韶关冶炼厂(一验） | 均值 | 1.00 | 7.26 | 11.71 | 47.00 |
| s | 0.05 | 0.22 | 0.95 | 1.41 |
| 有研亿金新材料有限公司（二验） | 均值 | 1.03 | 6.95 | 9.57 | 51.68 |
| s | 0.07 | 0.27 | 0.24 | 0.71 |
| 广东先导稀材股份有限公司（二验） | 均值 | 0.99 | 7.00 | 9.20 | 46.71 |
| s | 0.044 | 0.041 | 0.06 | 0.36 |
| 经检验后参与统计的实验室  （黑体为离群值） | p | 8 | 7 | 8 | 8 |

4.2 各元素r与的R计算

经数据统计和异常值检验后，计算得到各元素的r和R值见表12~22。

表12 ICP-MS测定镍中镁的r和R值

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| m | 1.5 | 5.0 | 9.4 | 49.5 |
| r | 0.49 | 0.42 | 1.14 | 3.72 |
| R | 0.73 | 0.60 | 2.84 | 7.11 |

表13 ICP-MS测定镍中铝的r和R值

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| m | 1.1 | 3.5 | 7.8 | 53.5 |
| r | 0.27 | 0.70 | 1.02 | 4.02 |
| R | 0.27 | 0.89 | 1.37 | 8.90 |

表14 ICP-MS测定镍中锰的r和R值

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| m | 1.33 | 7.85 | 10.34 | 51.94 |
| r | 0.35 | 0.99 | 1.64 | 3.05 |
| R | 0.52 | 1.60 | 2.99 | 9.48 |

表15 ICP-MS测定镍中钴的r和R值

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| m | 0.96 | 4.96 | 13.76 | 53.97 |
| r | 0.24 | 0.53 | 2.58 | 5.51 |
| R | 0.28 | 0.88 | 5.82 | 11.34 |

表16 ICP-MS测定镍中铜的r和R值

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| m | 1.0 | 5.0 | 12.9 | 47.1 |
| r | 0.21 | 0.49 | 2.86 | 4.37 |
| R | 0.22 | 0.51 | 4.26 | 9.07 |

表17 ICP-MS测定镍中锌的r和R值

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| m | 1.3 | 5.0 | 9.1 | 52.3 |
| r | 0.33 | 0.46 | 1.32 | 4.48 |
| R | 0.57 | 0.63 | 2.11 | 9.65 |

表18 ICP-MS测定镍中镉的r和R值

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| m | 1.0 | 3.1 | 9.2 | 49.6 |
| r | 0.46 | 0.43 | 0.93 | 3.43 |
| R | 0.46 | 0.54 | 1.56 | 9.34 |

表19 ICP-MS测定镍中锡的r和R值

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| m | 1.0 | 2.9 | 9.0 | 42.9 |
| r | 0.16 | 0.57 | 0.91 | 2.72 |
| R | 0.35 | 0.89 | 1.95 | 6.44 |

表20 ICP-MS测定镍中锑的r和R值

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| m | 1.0 | 7.1 | 12.5 | 30.3 |
| r | 0.23 | 0.71 | 2.67 | 2.90 |
| R | 0.24 | 1.51 | 3.36 | 6.81 |

表21 ICP-MS测定镍中铅的r和R值

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| m | 1.0 | 6.2 | 10.6 | 49.8 |
| r | 0.20 | 0.70 | 1.79 | 2.48 |
| R | 0.22 | 1.02 | 3.46 | 5.53 |

表22 ICP-MS测定镍中铋的r和R值

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| m | 1.0 | 7.2 | 10.1 | 48.4 |
| r | 0.18 | 0.62 | 3.47 | 2.62 |
| R | 0.18 | 0.91 | 4.00 | 6.91 |

4.3 重复性和再现性

4.3.1重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的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23数据采用线性内插法或外延法求得。

4.3.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（R），超过再现性限（R）的情况不超过5%，再现性限（R）按表23数据采用线性内插法或外延法求得。

由于计算得到的R、r线性存在差异，考虑到验证样品的情况和实际分析测试误差，经审定会专家协商R、r做了适量调整，见表23。

表23 重复性限和再现性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *wx*/% | | 0.00010 | 0.00050 | 0.0010 | 0.0050 |
| Mg | r/% | 0.00004 | 0.00006 | 0.0002 | 0.0004 |
| R/% | 0.00005 | 0.00007 | 0.0003 | 0.0008 |
| Al | r/% | 0.00004 | 0.00007 | 0.0002 | 0.0004 |
| R/% | 0.00005 | 0.0009 | 0.0003 | 0.0008 |
| Mn | r/% | 0.00003 | 0.00007 | 0.0002 | 0.0004 |
| R/% | 0.00005 | 0.0009 | 0.0003 | 0.0009 |
| Co | r/% | 0.00003 | 0.00006 | 0.0003 | 0.0006 |
| R/% | 0.00004 | 0.00010 | 0.0004 | 0.0009 |
| Cu | r/% | 0.00003 | 0.00005 | 0.0003 | 0.0005 |
| R/% | 0.00004 | 0.00006 | 0.0004 | 0.0009 |
| Zn | r/% | 0.00003 | 0.00005 | 0.0002 | 0.0005 |
| R/% | 0.00005 | 0.00006 | 0.0003 | 0.0009 |
| Cd | r/% | 0.00003 | 0.00006 | 0.0002 | 0.0005 |
| R/% | 0.00005 | 0.00007 | 0.0003 | 0.0009 |
| Sn | r/% | 0.00003 | 0.00006 | 0.0002 | 0.0005 |
| R/% | 0.00004 | 0.0008 | 0.0004 | 0.0008 |
| Sb | r/% | 0.00003 | 0.00006 | 0.0003 | 0.0005 |
| R/% | 0.00004 | 0.0009 | 0.0004 | 0.0009 |
| Pb | r/% | 0.00002 | 0.00006 | 0.0003 | 0.0004 |
| R/% | 0.00003 | 0.00009 | 0.0004 | 0.0006 |
| Bi | r/% | 0.00002 | 0.00005 | 0.0004 | 0.0004 |
| R/% | 0.00003 | 0.00008 | 0.0005 | 0.0007 |

**五、与现行法规、标准的关系**

本标准的制定与现行标准没用冲突，且符合国家相关法律法规的规定。

**六、重大分歧意见的处理经过和依据**

标准制定过程中，无重大分歧意见。

**七、贯彻标准的要求和措施的建议**

可向相关企业和用户推荐采用本标准。

**八、废止现行有关标准的建议**

本标准为初次制定，无现行有关标准。

**九、与其效果**

本标准为行业标准《高纯锌》制订配套的行业分析方法，本标准的发布、实施，将规范高纯镉中杂质含量的分析检测，对保证高纯碲的正常生产和产品质量具有重要的意义，

**十、标准实施的建议**

建议本标准作为推荐性国家行业标准。

**十一、其他应注意的事项**

无。

标准编制小组

2018年8月