铜砷滤饼化学分析方法

第1部分：铼量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

编制说明

铜陵有色金属集团控股有限公司

2019年3月

中华人民共和国有色金属行业标准

铜砷滤饼化学分析方法

第1部分：铼量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

编制说明

(计划编号：2017-0188T-YS)

**1 任务来源**

根据全国有色金属标准化技术委员会文件有色标委[2017]31号2017年第二批有色金属行业标准项目计划及有色标委[2017]95号关于印发《氧化铟锡靶材化学分析方法》等18项标准任务落实会会议纪要的通知安排，由铜陵有色金属集团控股有限公司负责完成行业标准《铜砷滤饼化学分析方法 第1部分：铼量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法》起草工作。

**2主要工作过程**

**2.1 任务落实及启动阶段**

2017年10月22-24日，全国有色金属标准化技术委员会在浙江省杭州市召开了有色金属标准工作年会，来自全国有色标准化技术委员会、铜陵有色金属集团、北矿检测技术有限公司、广西冶金等20家单位20余名代表参加了会议。会议对《铜砷滤饼化学分析方法》等16项行业标准进行了任务落实，形成会议纪要如下。

行业标准《铜砷滤饼化学分析方法》由铜陵有色设计研究院牵头负责，具体分工如下：

**表1 标准分工**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 项目名称 | 起草单位 | 一验单位 | 二验单位 |
| 1 | 铜砷滤饼化学分析方法 | 铜陵有色设计院 | 北矿检测技术有限公司  中条山有色金属集团有限公司  国标（北京）检验认证有限公司  广州省工业分析检测中心  山东祥光集团有限公司 | 金隆铜业有限公司  山东恒邦冶炼股份有限公司  福建紫金矿业测试技术有限公司  昆明冶金研究院  五矿铜业（湖南）有限公司  贵州省分析测试研究院 |
| 铜砷滤饼化学分析方法时间安排：  2018年5月 完成样品收集工作、寄出样品及实验报告交验证单位验证；8月完成验证试验报告；  2018年9月 预审  2018年12月 审定  铜砷滤饼样品收集单位铜陵有色金属集团控股有限公司、北方铜业公司。不同梯度的试验样品保证5个或以上。 | | | | |

**2.2起草、验证及征求意见阶段**

2.2.1 测定范围、方法的确定

根据2017年10月在浙江杭州召开的《铜砷滤饼化学分析方法》行业标准项目制修订工作任务落实会会议精神。铜陵有色设计院负责承担《铜砷滤饼化学分析方法 第1部分：铼量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法》起草工作。对此，我们收集了金冠铜业有限公司、金隆铜业有限公司、中条山有色金属集团有限公司、山东祥光集团有限公司、紫金铜业等公司提供的样品进行铼含量检测，根据样品测定结果及各单位反馈结果确定铜砷滤饼中铼测定范围为0.0050%-2.5%，初步拟定测定方法为电感耦合等离子体发射光谱法。

注：行业标准计划书申报的测定范围为0.0050%-0.5%，随着工艺升级及铼回收率提高，2017年11月-2018年1月，我们对各单位样品含量进行普查时发现铜砷滤饼中铼含量最高可达2.5%，因此扩大了测定范围。

2.2.2 起草、验证阶段

我单位进行了仪器工作条件优化试验、分析谱线选择试验、溶样方法选择实验、试剂用量、酸度实验、检出限实验、工作曲线特性、干扰试验等条件试验，并配制了7个水平的铜砷滤饼样品，完成了精密度试验及加标回收试验。

各项任务完成后，我单位编制了标准文本及试验报告，按照会议纪要的要求，于2018年6月将试验样品随同标准文本、试验报告一并寄往相关验证单位。

2.2.3 各验证实验室于2018年9月提交了验证报告，我单位对验证报告的意见进行了整理，并撰写了编制说明。

**2.3 标准审查阶段**

2.3.1标准预审会

2018年8月21~23日，全国有色金属标准化技术委员会在天津召开，会议对《铜砷滤饼化学分析方法 第1部分：铼量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》进行了预审。会议形成纪要如下：

1. 铜砷滤饼测定范围上限提高到3.0%，收集一个高含量样品，验证方法适应性（金隆铜业提供）；
2. 补充微波消解条件试验，若可行，增加该溶样方法；
3. 补充1#样品试剂用量试验；
4. 6.4.4“蒸至小体积”改为“蒸至约40mL”；
5. 6.1“试料”表1中称样量、定容体积作修改，定容体积修改为“100mL”，后面增加稀释步骤；

我单位根据预审会意见，进行了1#样品试剂用量试验；准备了8#样品，于2018年10月随补充试验说明寄往验证单位，并完成了数据收集及处理工作；对标准文本进行了修改，并完善了编制说明。

注：因铜砷滤饼样品含硫高，可达60%，微波消解溶样密闭环境下易产生大量气体，产生爆炸隐患，故对于微波消解条件试验的意见，本单位未采纳。

2.3.2 专家审定会

**3 标准编写原则和编写格式**

1、本标准是根据GB/T 1.1-2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写规则》和GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分：化学分析方法》；

2、标准文本尽可能简洁明了，注重科学性、适用性和可操作性。

**4 标准编写的目的和意义**

铼是一种稀有难熔金属，具有高熔点、高强度、良好的塑性和优异的机械稳定性、催化性、耐高温和腐蚀等优异特性，广泛用于航空航天特殊合金、石油冶炼催化剂、热电合金、电子管结构材料、环境保护等领域。

铼没有独立的矿床，主要分散在辉钼矿和铜铼硫化物矿中。目前，铼主要用于航空、航天工业中，作超耐热合金是铼的主要消费领域，约占铼总消费量的80%，铼在催化剂中的用量约为铼总消费量的20%。在铼资源不足的情况下，应尽可能提高一次资源铼的回收率和加大二次资源中铼的回收。

铜砷滤饼是铜冶炼厂硫酸车间制酸过程中，对烟气净化产生的污酸进行硫化处理得到的废渣。稀有元素铼在砷滤饼中含量较高，含量可达25000 g/t。铜砷滤饼是主要的提铼原料之一，国内外铜冶炼企业均有相对较成熟的铜砷滤饼中铼的回收工艺。 随着经济发展，环境要求准入的提高，市场将细分，铜砷滤饼已作为铼的原料进入贸易市场。

为了统一分析方法，利于贸易结算和回收利用，对测定该物料中铼量的分析方法的制定尤为重要。

**5 国内外标准情况**

现仅有的三种涉及铼的分析方法有“钼精矿化学分析方法 铼量的测定 硫氰酸盐分光光度法（YS/T 555.10-2009）”、“钨铼合金中铼的测定 丁二酮肟比色法（YS/T 502-2006）”、“钨矿石、钼矿石化学分析方法 第18部分：铼量测定（GB/T 14352.18-2010）”。

上述几种物料与铜砷滤饼基体成分完全不同（铜砷滤饼中含铜（0.5%~20%）、含砷（15%~50%）、硫（30%~60%）、铼（0.005%~2.5%），其他杂质含量也比较高），而且测定范围跟铜砷滤饼中铼含量完全不符合，故该类检测方法不适用于铜砷滤饼中铼的检测。

目前国内外没有铜砷滤饼中铼量测定的国家或行业标准。

硫酸车间未发现其他富含铼的残渣或废弃物。

**6 方法验证及精密度试验**

**6.1 协同实验室**

精密度试验是由14个实验室对8个水平的样品进行协同试验，其中北矿检测技术有限公司、中条山有色金属集团有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、广州省工业分析检测中心、山东祥光集团有限公司为一验单位，金隆铜业有限公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、福建紫金矿业测试技术有限公司、昆明冶金研究院、五矿铜业（湖南）有限公司、贵州省分析测试研究院、紫金铜业、广西分析测试研究所为二验单位。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。提供精密度数据的实验室见表2，原始数据及统计分析见表3-9。

**表2提供精密度数据的实验室**

|  |  |
| --- | --- |
| 编号 | 实验室 |
| 1 | 铜陵有色金属集团控股有限公司 |
| 2 | 北矿检测技术有限公司 |
| 3 | 中条山有色金属集团有限公司 |
| 4 | 国标（北京）检验认证有限公司 |
| 5 | 广州省工业分析检测中心 |
| 6 | 山东祥光集团有限公司 |
| 7 | 金隆铜业有限公司 |
| 8 | 山东恒邦冶炼股份有限公司 |
| 9 | 福建紫金矿业测试技术有限公司 |
| 10 | 昆明冶金研究院 |
| 11 | 五矿铜业（湖南）有限公司 |
| 12 | 贵州省分析测试研究院 |
| 13 | 紫金铜业 |
| 14 | 广西分析测试研究院 |

**6.2 原始数据**

铜砷滤饼中铼起草及验证原始数据见表3。

**表3 各实验室提供的原始数据（%）**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **实验室P** | **水平j** | | | | | | | |
| **水平1** | **水平2** | **水平3** | **水平4** | **水平5** | **水平6** | **水平7** | **水平8** |
| 1  铜陵有色金属控股有限公司  （n=11） | 0.0068 | 0.060 | 0.310 | 0.579 | 0.933 | 1.863 | 2.289 | 2.92 |
| 0.0065 | 0.060 | 0.332 | 0.582 | 0.949 | 1.802 | 2.276 | 3.03 |
| 0.0064 | 0.061 | 0.320 | 0.578 | 0.972 | 1.830 | 2.301 | 3.00 |
| 0.0068 | 0.056 | 0.322 | 0.591 | 0.930 | 1.799 | 2.328 | 2.95 |
| 0.0065 | 0.061 | 0.323 | 0.590 | 0.925 | 1.802 | 2.255 | 2.94 |
| 0.0067 | 0.062 | 0.319 | 0.591 | 0.967 | 1.808 | 2.259 | 3.00 |
| 0.0066 | 0.062 | 0.319 | 0.570 | 0.948 | 1.815 | 2.266 | 2.93 |
| 0.0070 | 0.058 | 0.324 | 0.574 | 0.936 | 1.797 | 2.196 | 2.93 |
| 0.0066 | 0.059 | 0.324 | 0.596 | 0.997 | 1.796 | 2.372 | 2.92 |
| 0.0069 | 0.058 | 0.323 | 0.571 | 0.958 | 1.789 | 2.222 | 2.92 |
| 0.0070 | 0.058 | 0.323 | 0.582 | 0.992 | 1.775 | 2.243 | 2.98 |
| **平均值** | **0.0067** | **0.0595** | **0.322** | **0.582** | **0.955** | **1.807** | **2.273** | **2.96** |
| **s** | **0.0002** | **0.0018** | **0.0050** | **0.0084** | **0.023** | **0.022** | **0.047** | **0.037** |
| 2  北矿检测技术有限公司（n=7） | 0.0072 | 0.051 | 0.321 | 0.552 | 0.869 | 1.729 | 2.153 | 2.882 |
| 0.0065 | 0.052 | 0.322 | 0.563 | 0.859 | 1.735 | 2.155 | 2.830 |
| 0.0073 | 0.050 | 0.328 | 0.532 | 0.861 | 1.679 | 2.209 | 2.828 |
| 0.0070 | 0.052 | 0.319 | 0.589 | 0.888 | 1.688 | 2.188 | 2.836 |
| 0.0073 | 0.055 | 0.318 | 0.557 | 0.862 | 1.702 | 2.175 | 2.858 |
| 0.0065 | 0.050 | 0.325 | 0.539 | 0.869 | 1.726 | 2.169 | 2.892 |
| 0.0072 | 0.052 | 0.329 | 0.528 | 0.888 | 1.699 | 2.168 | 2.862 |
| 平均值 | **0.0070** | **0.052** | **0.323** | **0.551** | **0.871** | **1.708** | **2.174** | **2.855** |
| s | **0.0004** | **0.002** | **0.004** | **0.021** | **0.012** | **0.022** | **0.020** | **0.025** |
| 3  中条山有色金属集团有限公司  （n=7） | 0.0067 | 0.055 | 0.337 | 0.578 | 0.992 | 1.776 | 2.253 | 2.851 |
| 0.0068 | 0.056 | 0.344 | 0.591 | 0.977 | 1.797 | 2.217 | 2.841 |
| 0.0070 | 0.058 | 0.339 | 0.575 | 0.950 | 1.795 | 2.230 | 2.850 |
| 0.0068 | 0.058 | 0.339 | 0.582 | 0.932 | 1.808 | 2.196 | 2.846 |
| 0.0069 | 0.057 | 0.342 | 0.591 | 0.946 | 1.778 | 2.282 | 2.861 |
| 0.0067 | 0.056 | 0.344 | 0.586 | 0.938 | 1.795 | 2.321 | 2.839 |
| 0.0069 | 0.057 | 0.337 | 0.581 | 0.976 | 1.802 | 2.221 | 2.844 |
| 平均值 | **0.0068** | **0.057** | **0.340** | **0.583** | **0.959** | **1.793** | **2.246** | **2.847** |
| s | **0.0001** | **0.0011** | **0.0030** | **0.0062** | **0.023** | **0.012** | **0.043** | **0.007** |
| 4  国标（北京）检验认证有限公司  （n=11） | 0.0061 | 0.057 | 0.309 | 0.594 | 0.962 | 1.853 | 2.265 | 2.894 |
| 0.0063 | 0.060 | 0.312 | 0.592 | 0.989 | 1.842 | 2.149 | 2.849 |
| 0.0064 | 0.058 | 0.320 | 0.584 | 0.955 | 1.811 | 2.201 | 2.801 |
| 0.0067 | 0.056 | 0.322 | 0.576 | 0.946 | 1.852 | 2.153 | 2.753 |
| 0.0062 | 0.059 | 0.319 | 0.598 | 0.933 | 1.792 | 2.255 | 2.855 |
| 0.0066 | 0.060 | 0.314 | 0.593 | 0.965 | 1.841 | 2.279 | 2.879 |
| 0.0067 | 0.058 | 0.304 | 0.582 | 0.984 | 1.827 | 2.261 | 2.861 |
| 0.0063 | 0.058 | 0.311 | 0.604 | 0.936 | 1.867 | 2.174 | 2.774 |
| 0.0065 | 0.059 | 0.316 | 0.596 | 0.997 | 1.766 | 2.237 | 2.837 |
| 0.0067 | 0.056 | 0.323 | 0.612 | 0.967 | 1.809 | 2.202 | 2.802 |
| 0.0068 | 0.058 | 0.305 | 0.592 | 0.979 | 1.822 | 2.184 | 2.784 |
| 平均值 | **0.0065** | **0.0581** | **0.314** | **0.593** | **0.965** | **1.817** | **2.202** | **2.826** |
| s | **0.00024** | **0.0014** | **0.0065** | **0.010** | **0.021** | **0.031** | **0.047** | **0.046** |
| 5  广州省工业分析检测中心（n=11） | 0.0062 | 0.054 | 0.32 | 0.57 | 0.92 | 1.79 | 2.29 |  |
| 0.0065 | 0.056 | 0.31 | 0.57 | 0.92 | 1.76 | 2.28 |  |
| 0.0062 | 0.055 | 0.32 | 0.56 | 0.94 | 1.83 | 2.21 |  |
| 0.0067 | 0.056 | 0.31 | 0.59 | 0.97 | 1.79 | 2.31 |  |
| 0.0067 | 0.059 | 0.32 | 0.57 | 0.93 | 1.82 | 2.29 |  |
| 0.0068 | 0.058 | 0.32 | 0.59 | 0.94 | 1.76 | 2.26 |  |
| 0.0063 | 0.060 | 0.33 | 0.56 | 0.92 | 1.77 | 2.24 |  |
| 0.0064 | 0.060 | 0.31 | 0.56 | 0.90 | 1.83 | 2.27 |  |
| 0.0065 | 0.058 | 0.33 | 0.57 | 0.92 | 1.80 | 2.29 |  |
| 0.0065 | 0.061 | 0.32 | 0.56 | 0.93 | 1.76 | 2.30 |  |
| 0.0064 | 0.059 | 0.31 | 0.57 | 0.94 | 1.78 | 2.29 |  |
| 平均值 | **0.0065** | **0.058** | **0.32** | **0.57** | **0.93** | **1.79** | **2.28** |  |
| s | **0.0002** | **0.0023** | **0.0076** | **0.011** | **0.018** | **0.027** | **0.029** |  |
| 6  山东祥光集团有限公司（n=7） | 0.0069 | 0.0599 | 0.366 | 0.572 | 0.958 | 1.871 | 2.359 | 2.983 |
| 0.0071 | 0.0621 | 0.371 | 0.578 | 0.970 | 1.860 | 2.378 | 2.961 |
| 0.0069 | 0.0589 | 0.353 | 0.594 | 0.948 | 1.792 | 2.369 | 2.948 |
| 0.0072 | 0.0599 | 0.360 | 0.583 | 0.963 | 1.865 | 2.395 | 2.993 |
| 0.0073 | 0.0642 | 0.385 | 0.580 | 0.950 | 1.890 | 2.344 | 3.018 |
| 0.0070 | 0.0636 | 0.368 | 0.622 | 1.010 | 1.911 | 2.330 | 2.974 |
| 0.0075 | 0.0600 | 0.360 | 0.577 | 0.960 | 1.880 | 2.308 | 2.959 |
| 平均值 | **0.0071** | **0.0612** | **0.366** | **0.587** | **0.966** | **1.867** | **2.355** | **2.977** |
| s | **0.00022** | **0.0021** | **0.010** | **0.017** | **0.021** | **0.037** | **0.030** | **0.024** |
| 7  金隆铜业有限公司（n=11） | 0.0084 | 0.061 | 0.362 | 0.583 | 0.933 | 1.8129 | 2.3473 |  |
| 0.0082 | 0.061 | 0.368 | 0.573 | 0.932 | 1.8268 | 2.3807 |  |
| 0.0076 | 0.061 | 0.366 | 0.582 | 0.918 | 1.807 | 2.3535 |  |
| 0.0082 | 0.061 | 0.364 | 0.603 | 0.931 | 1.8307 | 2.3505 |  |
| 0.008 | 0.059 | 0.359 | 0.604 | 0.924 | 1.8595 | 2.3288 |  |
| 0.0076 | 0.061 | 0.368 | 0.584 | 0.939 | 1.8607 | 2.3478 |  |
| 0.0081 | 0.061 | 0.365 | 0.573 | 0.962 | 1.8842 | 2.3731 |  |
| 0.0081 | 0.061 | 0.365 | 0.582 | 0.907 | 1.8571 | 2.3622 |  |
| 0.0081 | 0.061 | 0.366 | 0.579 | 0.932 | 1.8551 | 2.3745 |  |
| 0.0081 | 0.061 | 0.361 | 0.574 | 0.919 | 1.8695 | 2.3734 |  |
| 0.0083 | 0.061 | 0.361 | 0.575 | 0.919 | 1.8608 | 2.3832 |  |
| 平均值 | **0.0081** | **0.0608** | **0.364** | **0.583** | **0.929** | **1.848** | **2.361** |  |
| s | **0.0002** | **0.0006** | **0.0028** | **0.0105** | **0.0137** | **0.0234** | **0.0163** |  |
| 8  山东恒邦冶炼股份有限公司  （n=7） | 0.0066 | 0.0566 | 0.317 | 0.557 | 0.884 | 1.747 | 2.271 | 2.829 |
| 0.0069 | 0.0574 | 0.325 | 0.559 | 0.885 | 1.755 | 2.280 | 2.869 |
| 0.0070 | 0.0573 | 0.330 | 0.570 | 0.901 | 1.786 | 2.246 | 2.886 |
| 0.0073 | 0.0581 | 0.327 | 0.580 | 0.895 | 1.788 | 2.253 | 2.841 |
| 0.0068 | 0.0584 | 0.336 | 0.571 | 0.886 | 1.784 | 2.316 | 2.851 |
| 0.0067 | 0.0585 | 0.328 | 0.586 | 0.896 | 1.776 | 2.299 | 2.816 |
| 0.0071 | 0.0590 | 0.322 | 0.574 | 0.900 | 1.782 | 2.259 | 2.823 |
| 平均值 | **0.0069** | **0.0579** | **0.326** | **0.571** | **0.892** | **1.774** | **2.275** | **2.845** |
| s | **0.0002** | **0.0008** | **0.0056** | **0.0097** | **0.0067** | **0.0151** | **0.0235** | **0.025** |
| 9  福建紫金矿业测试技术有限公司（n=11） | 0.0066 | 0.0542 | 0.314 | 0.569 | 0.931 | 1.809 | 2.250 | 2.847 |
| 0.0069 | 0.0604 | 0.322 | 0.566 | 0.944 | 1.801 | 2.290 | 2.866 |
| 0.0065 | 0.0610 | 0.323 | 0.565 | 0.929 | 1.861 | 2.357 | 2.912 |
| 0.0067 | 0.0596 | 0.328 | 0.589 | 0.932 | 1.843 | 2.329 | 2.935 |
| 0.0066 | 0.0578 | 0.324 | 0.579 | 0.938 | 1.842 | 2.284 | 2.921 |
| 0.0068 | 0.0555 | 0.320 | 0.593 | 0.926 | 1.822 | 2.256 | 2.935 |
| 0.0067 | 0.0558 | 0.334 | 0.581 | 0.931 | 1.792 | 2.348 | 2.929 |
| 0.0069 | 0.0571 | 0.332 | 0.572 | 0.938 | 1.826 | 2.339 | 2.937 |
| 0.0068 | 0.0563 | 0.326 | 0.581 | 0.955 | 1.840 | 2.225 | 2.903 |
| 0.0072 | 0.0554 | 0.336 | 0.577 | 0.946 | 1.828 | 2.345 | 2.909 |
| 0.0071 | 0.0588 | 0.317 | 0.569 | 0.942 | 1.832 | 2.249 | 2.942 |
| 平均值 | **0.0068** | **0.0574** | **0.325** | **0.576** | **0.938** | **1.827** | **2.298** | **2.912** |
| s | **0.0002** | **0.0022** | **0.0069** | **0.010** | **0.009** | **0.020** | **0.048** | **0.031** |
| 10  昆明冶金研究院  （n=11） | 0.0065 | 0.061 | 0.321 | 0.586 | 0.934 | 1.862 | 2.235 | 2.842 |
| 0.0065 | 0.060 | 0.327 | 0.593 | 0.948 | 1.832 | 2.231 | 2.830 |
| 0.0066 | 0.061 | 0.329 | 0.587 | 0.973 | 1.831 | 2.253 | 2.852 |
| 0.0067 | 0.059 | 0.330 | 0.569 | 0.936 | 1.862 | 2.263 | 2.860 |
| 0.0068 | 0.063 | 0.326 | 0.573 | 0.938 | 1.963 | 2.284 | 2.874 |
| 0.0067 | 0.062 | 0.324 | 0.583 | 0.968 | 1.901 | 2.220 | 2.846 |
| 0.0066 | 0.061 | 0.326 | 0.590 | 0.960 | 1.862 | 2.256 | 2.854 |
| 0.0069 | 0.058 | 0.326 | 0.593 | 0.958 | 1.862 | 2.285 | 2.883 |
| 0.0065 | 0.059 | 0.326 | 0.596 | 0.985 | 1.805 | 2.292 | 2.890 |
| 0.0068 | 0.057 | 0.325 | 0.577 | 0.965 | 1.841 | 2.301 | 2.882 |
| 0.0070 | 0.059 | 0.326 | 0.585 | 0.987 | 1.863 | 2.248 | 2.849 |
| 平均值 | **0.0067** | **0.060** | **0.326** | **0.585** | **0.957** | **1.862** | **2.261** | **2.860** |
| s | **0.0001** | **0.0017** | **0.0024** | **0.0082** | **0.023** | **0.022** | **0.026** | **0.019** |
| 11  五矿铜业（湖南）有限公司（n=11） | 0.0065 | 0.055 | 0.329 | 0.561 | 0.954 | 1.854 | 2.306 | 2.689 |
| 0.0066 | 0.055 | 0.328 | 0.562 | 0.945 | 1.830 | 2.304 | 2.674 |
| 0.0067 | 0.054 | 0.330 | 0.578 | 0.918 | 1.801 | 2.300 | 2.767 |
| 0.0066 | 0.056 | 0.332 | 0.570 | 0.921 | 1.859 | 2.321 | 2.730 |
| 0.0066 | 0.056 | 0.325 | 0.565 | 0.942 | 1.811 | 2.305 | 2.786 |
| 0.0064 | 0.057 | 0.348 | 0.575 | 0.901 | 1.843 | 2.304 | 2.940 |
| 0.0067 | 0.053 | 0.350 | 0.579 | 0.942 | 1.834 | 2.317 | 2.701 |
| 0.0067 | 0.059 | 0.344 | 0.581 | 0.911 | 1.805 | 2.312 | 2.612 |
| 0.0066 | 0.060 | 0.332 | 0.576 | 0.907 | 1.801 | 2.310 | 2.659 |
| 0.0066 | 0.058 | 0.337 | 0.563 | 0.985 | 1.799 | 2.319 | 2.629 |
| 0.0068 | 0.062 | 0.333 | 0.594 | 0.937 | 1.811 | 2.296 | 2.631 |
| 平均值 | **0.0066** | **0.0568** | **0.335** | **0.573** | **0.933** | **1.822** | **2.308** | **2.711** |
| s | **0.0001** | **0.0027** | **0.0084** | **0.0101** | **0.024** | **0.022** | **0.008** | **0.069** |
| 12  贵州省分析测试研究院（n=11） | 0.0065 | 0.061 | 0.321 | 0.586 | 0.934 | 1.862 | 2.235 | 2.842 |
| 0.0065 | 0.060 | 0.327 | 0.593 | 0.948 | 1.832 | 2.231 | 2.830 |
| 0.0066 | 0.061 | 0.329 | 0.587 | 0.973 | 1.831 | 2.253 | 2.852 |
| 0.0067 | 0.059 | 0.330 | 0.569 | 0.936 | 1.862 | 2.263 | 2.860 |
| 0.0068 | 0.063 | 0.326 | 0.573 | 0.938 | 1.963 | 2.284 | 2.874 |
| 0.0067 | 0.062 | 0.324 | 0.583 | 0.968 | 1.901 | 2.220 | 2.846 |
| 0.0066 | 0.061 | 0.326 | 0.590 | 0.960 | 1.862 | 2.256 | 2.854 |
| 0.0069 | 0.058 | 0.326 | 0.593 | 0.958 | 1.862 | 2.285 | 2.883 |
| 0.0065 | 0.059 | 0.326 | 0.596 | 0.985 | 1.805 | 2.292 | 2.890 |
| 0.0068 | 0.057 | 0.325 | 0.577 | 0.965 | 1.841 | 2.301 | 2.882 |
| 0.0070 | 0.059 | 0.326 | 0.585 | 0.987 | 1.863 | 2.248 | 2.849 |
| 平均值 | **0.0067** | **0.0601** | **0.326** | **0.585** | **0.957** | **1.862** | **2.261** | **2.860** |
| s | **0.0001** | **0.0017** | **0.0024** | **0.0082** | **0.023** | **0.022** | **0.026** | **0.019** |
| 13  紫金铜业（n=8） | 0.0074 | 0.060 | 0.345 | 0.579 | 0.954 | 1.842 | 2.352 | 2.986 |
| 0.0072 | 0.060 | 0.345 | 0.578 | 0.953 | 1.824 | 2.353 | 2.958 |
| 0.0072 | 0.054 | 0.344 | 0.578 | 0.939 | 1.853 | 2.328 | 3.026 |
| 0.0072 | 0.060 | 0.355 | 0.588 | 0.938 | 1.836 | 2.346 | 2.949 |
| 0.0074 | 0.059 | 0.352 | 0.587 | 0.951 | 1.856 | 2.365 | 2.998 |
| 0.0073 | 0.057 | 0.348 | 0.587 | 0.956 | 1.847 | 2.367 | 2.972 |
| 0.0079 | 0.056 | 0.352 | 0.590 | 0.950 | 1.858 | 2.357 | 2.990 |
| 0.0072 | 0.057 | 0.351 | 0.588 | 0.943 | 1.834 | 2.336 | 3.002 |
| 平均值 | **0.0074** | **0.058** | **0.349** | **0.584** | **0.948** | **1.844** | **2.351** | **2.985** |
| s | **0.0002** | **0.0022** | **0.0041** | **0.0051** | **0.0070** | **0.012** | **0.013** | **0.025** |
| 14  广西分析测试研究院  （n=11） | 0.0065 | 0.0582 | 0.3236 | 0.5976 | 0.9582 | 1.8829 | 2.3151 |  |
| 0.0065 | 0.0585 | 0.3224 | 0.5941 | 0.9690 | 1.8409 | 2.3075 |  |
| 0.0065 | 0.0580 | 0.3322 | 0.5776 | 0.9657 | 1.8737 | 2.3177 |  |
| 0.0065 | 0.0589 | 0.3366 | 0.5877 | 0.9785 | 1.8609 | 2.3422 |  |
| 0.0065 | 0.0594 | 0.3236 | 0.5646 | 0.9709 | 1.8339 | 2.2920 |  |
| 0.0066 | 0.0584 | 0.3313 | 0.5824 | 0.9620 | 1.8510 | 2.3168 |  |
| 0.0066 | 0.0591 | 0.3159 | 0.5817 | 0.9577 | 1.8641 | 2.2432 |  |
| 0.0066 | 0.0590 | 0.3254 | 0.5955 | 0.9663 | 1.8406 | 2.2806 |  |
| 0.0067 | 0.0593 | 0.3129 | 0.5862 | 0.9733 | 1.7267 | 2.3369 |  |
| 0.0066 | 0.0594 | 0.3268 | 0.5905 | 0.9662 | 1.7462 | 2.3075 |  |
| 0.0076 | 0.0596 | 0.3442 | 0.5942 | 0.9623 | 1.7377 | 2.3049 |  |
| 平均值 | **0.0066** | **0.0589** | **0.329** | **0.587** | **0.966** | **1.818** | **2.306** |  |
| s | **0.0001** | **0.0005** | **0.0099** | **0.0097** | **0.0063** | **0.0542** | **0.0272** |  |

**6.3 分析结果平均值**

铜砷滤饼中铼的分析结果平均值见表4。

**表4 铼的分析结果平均值（%）**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室i | 水平j | | | | | | | | |
| 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 |
| 1 | **0.0067** | **0.0595** | **0.322** | **0.582** | **0.955** | **1.807** | **2.273** | **2.96** |
| 2 | **0.0070** | **0.052** | **0.323** | **0.551** | **0.871** | **1.708** | **2.174** | **2.855** |
| 3 | **0.0068** | **0.057** | **0.340** | **0.583** | **0.959** | **1.793** | **2.246** | **2.847** |
| 4 | **0.0065** | **0.0581** | **0.314** | **0.593** | **0.965** | **1.817** | **2.202** | **2.826** |
| 5 | **0.0065** | **0.058** | **0.32** | **0.57** | **0.93** | **1.79** | **2.28** |  |
| 6 | **0.0071** | **0.0612** | **0.366** | **0.587** | **0.966** | **1.867** | **2.355** | **2.977** |
| 7 | **0.0081** | **0.0608** | **0.364** | **0.583** | **0.929** | **1.848** | **2.361** |  |
| 8 | **0.0069** | **0.0579** | **0.326** | **0.571** | **0.892** | **1.774** | **2.275** | **2.845** |
| 9 | **0.0068** | **0.0574** | **0.325** | **0.576** | **0.938** | **1.827** | **2.298** | **2.912** |
| 10 | **0.0067** | **0.060** | **0.326** | **0.585** | **0.957** | **1.862** | **2.261** | **2.860** |
| 11 | **0.0066** | **0.0568** | **0.335** | **0.573** | **0.933** | **1.822** | **2.308** | **2.711** |
| 12 | **0.0067** | **0.0601** | **0.326** | **0.585** | **0.957** | **1.862** | **2.261** | **2.860** |
| 13 | **0.0074** | **0.058** | **0.349** | **0.584** | **0.948** | **1.844** | **2.351** | **2.985** |
| 14 | **0.0066** | **0.0589** | **0.329** | **0.587** | **0.966** | **1.818** | **2.306** |  |

**6.4 分析结果标准偏差**

铜砷滤饼中铼标准偏差见表5。

**表5 铼的分析结果标准偏差（%）**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室i | 水平j | | | | | | | | |
| 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 |
| 1 | **0.0002** | **0.0018** | **0.0050** | **0.0084** | **0.023** | **0.022** | **0.047** | **0.037** |
| 2 | **0.0004** | **0.002** | **0.004** | **0.021** | **0.012** | **0.022** | **0.020** | **0.025** |
| 3 | **0.0001** | **0.0011** | **0.0030** | **0.0062** | **0.023** | **0.012** | **0.043** | **0.007** |
| 4 | **0.00024** | **0.0014** | **0.0065** | **0.010** | **0.021** | **0.031** | **0.047** | **0.046** |
| 5 | **0.0002** | **0.0023** | **0.0076** | **0.011** | **0.018** | **0.027** | **0.029** |  |
| 6 | **0.00022** | **0.0021** | **0.010** | **0.017** | **0.021** | **0.037** | **0.030** | **0.024** |
| 7 | **0.0002** | **0.0006** | **0.0028** | **0.0105** | **0.0137** | **0.0234** | **0.0163** |  |
| 8 | **0.0002** | **0.0008** | **0.0056** | **0.0097** | **0.0067** | **0.0151** | **0.0235** | **0.025** |
| 9 | **0.0002** | **0.0022** | **0.0069** | **0.010** | **0.009** | **0.020** | **0.048** | **0.031** |
| 10 | **0.0001** | **0.0017** | **0.0024** | **0.0082** | **0.023** | **0.022** | **0.026** | **0.019** |
| 11 | **0.0001** | **0.0027** | **0.0084** | **0.0101** | **0.024** | **0.022** | **0.008** | **0.069** |
| 12 | **0.0001** | **0.0017** | **0.0024** | **0.0082** | **0.023** | **0.022** | **0.026** | **0.019** |
| 13 | **0.0002** | **0.0022** | **0.0041** | **0.0051** | **0.0070** | **0.012** | **0.013** | **0.025** |
| 14 | **0.0001** | **0.0005** | **0.0099** | **0.0097** | **0.0063** | **0.0542** | **0.0272** |  |

**6.5检验一致性的数值方法**

**6.5.1 Cochran检验**

实验室内数据变异的检验采用Cochran检验，Cochran统计量C见表6。

**表6 Cochran统计量C**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 水平j | 水平1  （p=14） | 水平2  （p=14） | 水平3  （p=14） | 水平4  （p=14） | 水平5  （p=14） | 水平6  （p=14） | 水平7  （p=14） | 水平8（p=11） |
| smax | 0.0004 | 0.0027 | 0.01 | 0.021 | 0.024 | 0.0542 | 0.048 | 0.069 |
| ∑si2 | 0.0000005 | 0.00004411 | 0.00053372 | 0.00172093 | 0.00444427 | 0.00988021 | 0.01385478 | 0.01242900 |
| C | 0.2877697 | 0.16526864 | 0.18736416 | 0.25625679 | 0.12960508 | 0.29732566 | 0.16629639 | 0.38305575 |

当p=14时，取n=6时，显著水平为1%和5%时的Cochran统计量C的临界值分别为0.274和0.232；当p=13时，取n=6时，显著水平为1%和5%时的Cochran统计量C的临界值分别为0.291和0.243；当p=11时，取n=6时，显著水平为1%和5%时的Cochran统计量C的临界值分别为0.332和0.281；当p=10时，取n=6时，显著水平为1%和5%时的Cochran统计量C的临界值分别为0.357和0.303。科克伦检验显示，实验室2水平1、实验室14水平6、实验室11水平8出现离群值。

删除离群值，保留歧离值，使用Cochran检验，结果见续表6-1。

**续表6-1 Cochran统计量C**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 水平j | 水平1  （p=13） | 水平2  （p=14） | 水平3  （p=14） | 水平4  （p=14） | 水平5  （p=14） | 水平6  （p=13） | 水平7  （p=14） | 水平8（p=10） |
| smax | 0.00024 | 0.0027 | 0.01 | 0.021 | 0.024 | 0.037 | 0.048 | 0.046 |
| ∑si2 | 0.0000004 | 0.00004411 | 0.00053372 | 0.00172093 | 0.00444427 | 0.00694257 | 0.01385478 | 0.00766800 |
| C | 0.145454 | 0.16526864 | 0.18736416 | 0.25625679 | 0.12960508 | 0.19718922 | 0.16629639 | 0.27595200 |

未出现离群值。

**6.5.2 Grubbs检验**

对实验室间的数据变异的检验采用Grubbs检验，Grubbs统计量G见表7。

**表7 Grubbs统计量G**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 水平1  （p=13） | 水平2  （p=14） | 水平3  （p=14） | 水平4  （p=14） | 水平5  （p=14） | 水平6  （p=13） | 水平7  （p=14） | 水平8（p=10） |
| Max | 0.0084 | 0.0642 | 0.385 | 0.622 | 1.01 | 1.963 | 2.395 | 3.03 |
| Min | 0.0061 | 0.05 | 0.304 | 0.528 | 0.859 | 1.679 | 2.149 | 2.753 |
| ‾x | 0.0068585 | 0.0583674 | 0.3319548 | 0.5799414 | 0.9427562 | 1.8212120 | 2.2836029 | 2.8914395 |
| s | 0.0004757 | 0.0026726 | 0.0163673 | 0.0137457 | 0.0299802 | 0.0469455 | 0.0570473 | 0.0617869 |
| Gmax | 3.2399906 | 2.1823666 | 3.2409153 | 3.0597539 | 2.2429362 | 3.0202631 | 1.9527103 | 2.2425507 |
| Gmin | 1.5945417 | 3.1308119 | 1.7079625 | 3.7787387 | 2.7937192 | 3.0292990 | 2.3594936 | 2.2405943 |

当p=14时，单个低值或高值统计量皆小于上1%点、上5%点的临界值2.755和2.507；当p=13时，单个低值或高值统计量皆小于上1%点、上5%点的临界值2.699和2.462；当p=10时，单个低值或高值统计量皆小于上1%点、上5%点的临界值2.482和2.290。

格拉布斯检验显示，最大值最小值出现多个离群值和歧离值，保留歧离值，剔除离群值，对剩余数据重复进行格拉布斯检验。反复检验直至无离群值结果见续表7-1。

**续表7-1 Grubbs统计量G**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 水平1  （p=12） | 水平2  （p=14） | 水平3  （p=14） | 水平4  （p=14） | 水平5  （p=14） | 水平6  （p=13） | 水平7  （p=14） | 水平8（p=10） |
| Max | 0.0074 | 0.0642 | 0.371 | 0.612 | 1.01 | 1.911 | 2.395 | 3.03 |
| Min | 0.0061 | 0.052 | 0.304 | 0.552 | 0.869 | 1.726 | 2.149 | 2.753 |
| ‾x | 0.0067210 | 0.05855 | 0.3315589 | 0.580695 | 0.9446219 | 1.8231889 | 2.2836029 | 2.8914395 |
| s | 0.0002673 | 0.0024082 | 0.0157713 | 0.0113889 | 0.0276147 | 0.0374500 | 0.0570473 | 0.0617869 |
| Gmax | 2.5393569 | 2.3460807 | 2.5008104 | 2.7486893 | 2.3675074 | 2.3447497 | 1.9527103 | 2.2425507 |
| Gmin | 2.3228226 | 2.7197927 | 1.7474112 | 2.5195928 | 2.7384669 | 2.5951623 | 2.3594936 | 2.2405943 |

**6.5.3 总平均值、方差及重复性限和再现性限的计算**

铜砷滤饼中铼单元平均值和标准标准偏差见表8。

**表8 单元平均值和标准偏差（%）**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室i | | | 水平1  （p=12） | | 水平2  （p=14） | | 水平3  （p=14） | | 水平4  （p=14） | 水平5  （p=14） | | 水平6  （p=13） | | 水平7  （p=14） | | 水平8（p=10） | |
| 1 | ý | 0.00670909 | | 0.05954545 | | 0.32172727 | | 0.58218181 | | 0.95518181 | 1.80690909 | | 2.27336363 | | 2.95636363 | |
| s | 0.00019750 | | 0.00182725 | | 0.00501073 | | 0.00839716 | | 0.02341257 | 0.02218293 | | 0.04658574 | | 0.03748277 | |
| n | 11 | | 11 | | 11 | | 11 | | 11 | 11 | | 11 | | 11 | |
| 2 | ý | 0 | | 0.05275 | | 0.32314285 | | 0.56525 | | 0.8785 | 1.73 | | 2.17385714 | | 2.85542857 | |
| s | 0 | | 0.00129903 | | 0.00397954 | | 0.01425438 | | 0.0095 | 0.00374165 | | 0.01806677 | | 0.02351204 | |
| n | 0 | | 4 | | 7 | | 4 | | 4 | 3 | | 7 | | 7 | |
| 3 | ý | 0.00682857 | | 0.05671428 | | 0.34028571 | | 0.58342857 | | 0.95871428 | 1.793 | | 2.24571428 | | 2.84742857 | |
| s | 0.00010301 | | 0.00103015 | | 0.00281395 | | 0.00572855 | | 0.02111677 | 0.01098050 | | 0.03998469 | | 0.00686309 | |
| n | 7 | | 7 | | 7 | | 7 | | 7 | 7 | | 7 | | 7 | |
| 4 | ý | 0.00648181 | | 0.05809090 | | 0.31409090 | | 0.593 | | 0.96481818 | 1.82563636 | | 2.21454545 | | 2.82627272 | |
| s | 0.00022489 | | 0.00131111 | | 0.00624433 | | 0.00958218 | | 0.02021618 | 0.02836858 | | 0.04472209 | | 0.04384495 | |
| n | 11 | | 11 | | 11 | | 11 | | 11 | 11 | | 11 | | 11 | |
| 5 | ý | 0.00647272 | | 0.05781818 | | 0.31818181 | | 0.57 | | 0.93 | 1.79 | | 2.27545454 | | 0 | |
| s | 0.00019112 | | 0.00216661 | | 0.00715818 | | 0.0104446 | | 0.01705605 | 0.02593698 | | 0.02775334 | | 0 | |
| n | 11 | | 11 | | 11 | | 11 | | 11 | 11 | | 11 | | 0 | |
| 6 | ý | 0.00706666 | | 0.06122857 | | 0.363 | | 0.58066666 | | 0.96557142 | 1.867 | | 2.35471428 | | 2.97657142 | |
| s | 0.000149071 | | 0.001915138 | | 0.006 | | 0.006823163 | | 0.019419115 | 0.034492235 | | 0.02750436 | | 0.022044482 | |
| n | 6 | | 7 | | 6 | | 6 | | 7 | 7 | | 7 | | 7 | |
| 7 | ý | 0 | | 0.06081818 | | 0.36409090 | | 0.58290909 | | 0.92872727 | 1.84766363 | | 2.36136363 | | 0 | |
| s | 0 | | 0.00057496 | | 0.00284299 | | 0.01046600 | | 0.01367207 | 0.02340121 | | 0.01631676 | | 0 | |
| n | 0 | | 11 | | 11 | | 11 | | 11 | 11 | | 11 | | 0 | |
| 8 | ý | 0.00691428 | | 0.0579 | | 0.32642857 | | 0.571 | | 0.89242857 | 1.774 | | 2.27485714 | | 2.845 | |
| s | 0.00022315 | | 0.00077089 | | 0.00557692 | | 0.00968061 | | 0.00673704 | 0.01510912 | | 0.02353980 | | 0.02357359 | |
| n | 7 | | 7 | | 7 | | 7 | | 7 | 7 | | 7 | | 7 | |
| 9 | ý | 0.0068 | | 0.05744545 | | 0.32509090 | | 0.57645454 | | 0.93745454 | 1.82690909 | | 2.29745454 | | 2.91236363 | |
| s | 0.00020449 | | 0.00214491 | | 0.00663947 | | 0.00879425 | | 0.00831607 | 0.01926586 | | 0.04561372 | | 0.02920545 | |
| n | 11 | | 11 | | 11 | | 11 | | 11 | 11 | | 11 | | 11 | |
| 10 | ý | 0.00669090 | | 0.06 | | 0.326 | | 0.58472727 | | 0.95927272 | 1.8521 | | 2.26072727 | | 2.86018181 | |
| s | 0.00016211 | | 0.00170560 | | 0.00225630 | | 0.00823618 | | 0.01781261 | 0.0246838 | | 0.02555596 | | 0.01846282 | |
| n | 11 | | 11 | | 11 | | 11 | | 11 | 10 | | 11 | | 11 | |
| 11 | ý | 0.00661818 | | 0.05681818 | | 0.33527272 | | 0.57309090 | | 0.933 | 1.82254545 | | 2.30854545 | | 0 | |
| s | 0.00010285 | | 0.00258731 | | 0.00803504 | | 0.00961489 | | 0.02339386 | 0.02127894 | | 0.00763203 | | 0 | |
| n | 11 | | 11 | | 11 | | 11 | | 11 | 11 | | 11 | | 0 | |
| 12 | ý | 0.00669090 | | 0.06 | | 0.326 | | 0.58472727 | | 0.95927272 | 1.8521 | | 2.26072727 | | 2.86018181 | |
| s | 0.00016211 | | 0.00170560 | | 0.00225630 | | 0.00823618 | | 0.01781261 | 0.0246838 | | 0.02555596 | | 0.01846282 | |
| n | 11 | | 11 | | 11 | | 11 | | 11 | 10 | | 11 | | 11 | |
| 13 | ý | 0.00727142 | | 0.057875 | | 0.349 | | 0.584375 | | 0.948 | 1.84375 | | 2.3505 | | 2.985125 | |
| s | 0.00009 | | 0.00208791 | | 0.00380788 | | 0.00476805 | | 0.00655743 | 0.01116635 | | 0.01259960 | | 0.02334222 | |
| n | 7 | | 8 | | 8 | | 8 | | 8 | 8 | | 8 | | 8 | |
| 14 | ý | 0.00656 | | 0.05889090 | | 0.32680909 | | 0.58655454 | | 0.96637272 | 0 | | 2.30585454 | | 0 | |
| s | 0.000066 | | 0.00051425 | | 0.00853883 | | 0.00923150 | | 0.00603521 | 0 | | 0.02592308 | | 0 | |
| n | 10 | | 11 | | 11 | | 11 | | 11 | 0 | | 11 | | 0 | |

重复性限和再现性限的计算结果见表9。

**表9 重复性限r和再现性限R/ %**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 水平j | 水平1  （p=12） | 水平2  （p=14） | 水平3  （p=14） | 水平4  （p=14） | 水平5  （p=14） | 水平6  （p=13） | 水平7  （p=14） | 水平8（p=10） |
| T1 | 0.7662 | 7.7286 | 44.4289 | 76.0711 | 124.6901 | 215.1363 | 308.2864 | 263.121 |
| T2 | 0.00515462 | 0.45289415 | 14.7599472 | 44.1804833 | 117.848940 | 392.338879 | 704.316598 | 761.076540 |
| T3 | 114 | 132 | 134 | 131 | 132 | 118 | 135 | 91 |
| T4 | 1130 | 1316 | 1336 | 1303 | 1316 | 1146 | 1349 | 865 |
| T5 | 2.87043E-0 | 0.00034211 | 0.00376224 | 0.00947700 | 0.03300329 | 0.05451116 | 0.11376465 | 0.06228406 |
| Sr2 | 2.81415E-0 | 2.89932E-0 | 3.1352E-05 | 8.1E-05 | 0.00027968 | 0.00051915 | 0.00094020 | 0.00076893 |
| SL2 | 4.46126E-0 | 2.84298E-0 | 0.00023171 | 4.37081E-0 | 0.00049411 | 0.00090977 | 0.00240496 | 0.00332723 |
| SR2 | 7.27541E-0 | 5.74229E-0 | 0.00026307 | 0.00012470 | 0.0007738 | 0.00142892 | 0.00334517 | 0.00409617 |
| Sr | 0.00016775 | 0.00170273 | 0.00559928 | 0.00900000 | 0.01672390 | 0.02278495 | 0.03066274 | 0.02772975 |
| SR | 0.00026973 | 0.00239630 | 0.01621945 | 0.01116727 | 0.02781725 | 0.03780117 | 0.05783747 | 0.06400136 |
| m | 0.00672105 | 0.05855 | 0.33155895 | 0.58069542 | 0.94462197 | 1.82318898 | 2.28360296 | 2.89143956 |
| r | 0.00046971 | 0.00476766 | 0.01567799 | 0.02520000 | 0.04682693 | 0.06379786 | 0.08585567 | 0.0776433 |
| R | 0.00075524 | 0.00670966 | 0.04541446 | 0.03126837 | 0.07788832 | 0.10584327 | 0.16194491 | 0.17920381 |

**6.6精密度**

**6.6.1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按以下表10数据采用线性内插法或外延法求得：

**表 10 重复性限**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| (*%*) | 0.0067 | 0.0585 | 0.332 | 0.581 | 0.945 | 1.82 | 2.28 | 2.89 |
| *r* (*%*) | 0.0005 | 0.0048 | 0.016 | 0.025 | 0.047 | 0.06 | 0.09 | 0.10 |

**6.6.2 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大于再现性限*R*，超过再现性限*R*的情况不超过5%，再现性限*R*按表11数据采用线性内插法或外延法求得。

**表 11 再现性限**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| (%) | 0.0067 | 0.0585 | 0.332 | 0.581 | 0.945 | 1.82 | 2.28 | 2.89 |
| *R* (*ug/g*) | 0.0008 | 0.0067 | 0.045 | 0.031 | 0.078 | 0.11 | 0.16 | 0.18 |

**7 国内外有关工作情况**

**7.1　国内外标准情况**

没有查到相对应的国际和国外标准。

**7.2国内外标准的适用性**

未发现知识产权方面的问题

1. **标准适用范围**

规定了铜砷滤饼中铼量的测定方法。适用于铜砷滤饼中铼量的测定。测定范围为0.0050%~3.0%。

**9标准实施的建议**

建议该标准作为推荐性行业标准。