**铝及铝合金化学分析方法**

**第24部分：稀土总含量的测定**

编 制 说 明

（审定稿）

《铝及铝合金化学分析方法 第24部分：稀土总含量的测定》编制组

主编单位：包头铝业有限公司、**国标（北京）检验认证有限公司**

2019年09月

《铝及铝合金化学分析方法 第24部分：稀土总量的测定》

审定稿编制说明

一、 工作简况

1、任务来源

2015年全国有色金属标准化技术委员会年会会议精神（2015年11月）和2016年8月在河北省邯郸市召开的全国有色金属标准化技术委员会会议精神，确定将GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》和YS/T 807《铝中间合金化学分析方法》等标准进行整合，补充完善GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》标准体系。2016年11月全国有色金属标准化技术委员会在会上明确了GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》标准体系中涵盖的测定元素及制修订项目原则。

全国有色金属标准化技术委员会于2018年3月在云南省昆明市召开了《铝及铝合金化学分析方法》国家标准任务落实会，来自云南冶金研究院、广东省工业分析测试中心、贵州测试院、东北轻合金有限公司等30余家的50名代表对GB/T20975—201X《铝及铝合金化学分析方法》进行了讨论，并进行了制修订任务落实，会上确定了《铝及铝合金化学分析方法 第24部分：稀土含量的测定》的起草基本思路。根据会议讨论安排，由包头铝业有限公司负责起草起草GB/T 20975.24-201X《铝及铝合金化学分析方法 第24部分：稀土含量的测定》中的方法一：三溴偶氮胂分光光度法，国标（北京）检验认证有限公司负责起草方法二：草酸盐重量法。

国家标准化委员会2017年下达标准制（修）定计划（国标委综合〔2017〕128号），本标准项目计划编号为20173499-T-610，项目完成时间为2019年12月。

2、项目编制工作组单位简介

**2.1包头铝业有限公司**前身是包头铝厂，始建于1958年。截止2017年6月，包铝拥有年产电解铝135万吨，发电装机容量171万千瓦，炭素制品12万吨、高纯铝2万吨的生产能力，总资产184亿元，有500kA、400kA、240kA、200kA电解铝生产线五条、高纯铝生产线一条、炭素制品生产线一条、铝合金铸造生产线多条。主要产品有原铝液、普铝锭、A356合金、高纯铝、电工圆铝杆及铝电解用炭素制品。

包头铝业有限公司中心试验室（生产指挥保障中心）(以下简称试验室) 是包头铝业有限公司直接领导的二级技术实体。自2002年试验室第一次通过ISO/IEC17025体系认可，体系现行有效。主要承担包铝公司进厂原料、出厂铝及铝合金、炭素制品及生产工艺控制的质量检验。随着科学技术的发展,为满足市场竞争的需要，试验室拥有技术素质高、实践经验丰富的分析检验队伍。有荷兰X荧光仪、美国赛默飞世尔X荧光光谱仪、美国赛默飞世尔ARL直读光谱仪、德国OBLF直读光谱仪、美国ICP等离子光谱仪、德国X衍射仪、瑞士RD炭素材料分析仪、德国蔡司金相显微镜等具有国际先进水平的分析仪器、设备30余台。分析水平在同行业中处于领先地位,满足了对外贸易等有关各方面检测分析的要求。近年来，试验室发挥铝及铝合金、炭素分析检测的优势，先后完成多项科研及技改项目。并多次参与有关国家标准的制定、复验工作。

**2.2国标（北京）检验认证有限公司**，前身是北京有色金属研究总院分析测试技术研究所，是国家有色金属行业最知名的第三方检验机构。国标（北京）检验认证有限公司运营管理着国家有色金属及电子材料分析测试中心和国家有色金属质量监督检验中心，拥有一支基础理论扎实、实践经验丰富的研究和服务队伍，自2004年至今共承担了国家科技支撑计划、国家863计划、国家自然科学基金、军工配套等省部级科技项目40余项；曾获国家科技进步奖6项，国家发明奖3项，省部级科技进步一等奖10项，二、三等奖107项；近5年获得国家发明专利20余项；负责和参加起草制订分析方法国家标准、行业标准300余项；国家标准物质/标准样品120个，在国内外科技期刊上发表论文800余篇，撰写论著22部。

**2.3有色金属技术经济研究院，**是我国有色金属行业的标准研究权威单位。馆藏有齐全的镁材国际、国外先进标准和先进工艺资料，有齐全的镁合金国际国外锻件的先进标准与我国镁合金锻件标准的对比资料。本单位积极参加各项编制工作，积极配合主编单位分配各项标准任务，协调各成员单位之间的关系，指导编制组正确采用国际、国外先进标准，为本标准的科学性、先进性把关和提供了充分的标准依据和相关资料，在编制组中贡献巨大。

**2.4中国铝业郑州有色金属研究院有限公司**是中国轻金属专业领域唯一的大型科研机构，是我国铝镁工业新技术、新工艺、新材料和新装备的重大、关键和前瞻技术的研发基地，基础研究及原创性技术成果的孵化与转化基地。拥有国内唯一的国家铝冶炼工程技术研究中心，中国铝业博士后科研工作站。拥有铝土矿处理、氧化铝工艺、铝用炭素和电解铝工艺、镁冶炼工艺、化学品氧化铝和轻金属材料工艺、轻金属检测等技术领域的研究实验室，具有完善的铝、镁冶炼基础理论研究技术平台，包括TEM、SEM、EDS、XRD、XRF、IC等在内的大型仪器设备80余套。依托研究院设立的国家轻金属质量监督检验中心（郑州轻金属研究院检测实验室）主要负责我国铝镁及其合金12类77种产品的质量监督检验、产品质量评价仲裁等工作，多年来一直为行业提供技术支持服务，承担了铝行业绝大部分分析检测等基础技术标准的具体起草工作，是国际标准化组织ISO/TC226（铝用原材料技术委员会）、ISO/TC79（轻金属及其合金）在国内的技术支持单位，是ISO/TC79/SC5、ISO/TC79/SC12主席单位，是国家工业和信息化部确定的有色金属标准样品定点研制单位，是全国有色金属标准化技术委员会铝用炭素材料工作组长单位。

**2.5东北轻合金有限责任公司**隶属于中国铝业公司，始建于1956年，是新中国第一个铝镁合金加工企业，是我国飞机、火箭、导弹、卫星、宇宙飞船等航空航天铝材保障基地，舰船、装甲车辆等军工产品保障基地，中国铝材出口加工基地之一。拥有各类铝及铝合金加工设备5700多台（套），生产的品种有：铝及铝合金管材、板材、带材、铝箔、型材、棒材、线材、粉材、锻件和深加工制品等。东轻公司在标准起草方面有着非常丰富的经验，累计主起草或修订标准150余项，标准涵盖了国家标准、国家军用标准及行业标准等，起草的标准覆盖了整个铝加工行业。同时东轻公司也是国家第一批铝合金标样定点生产单位之一。研制的标准样品已经广泛应用于全国各厂矿企业、科研院所。东轻公司无论从生产经验、质量稳定性控制、检测工作经验积累方面还是标准起草方面，东轻公司都具备主编起草本国家标准的资格、基础和条件。

3、主要工作过程（征求意见过程）及主要工作内容

2018年3月全国有色金属标准化技术委员会在云南省昆明市召开了GB/T 20975.24-201X《铝及铝合金化学分析方法 第24部分：稀土总量的测定》起草第一次工作会议，会上确定了GB/T 20975.24-201X的起草思路。方法一是三溴偶氮胂分光光度法，方法二是草酸盐重量法，此次修订将方法一的测定范围扩大为0.0010% ～2.50%，方法二的测定范围确定为1.50%～15.0%。

我们在总结过去工作经验的基础上，认真地进行了条件试验，对方法进行了样品分析，在此基础上我们编制完成了《实验报告》，并进行了充实完善。

2019年3月，项目组编制了GB/T 20975.24-201X《铝及铝合金化学分析方法 第24部分：稀土总量的测定》征求意见稿，在工作中，项目组尽可能多地收集对征求意见稿的反馈信息，汇总、分析意见和建议，与提出建议和意见的实验室充分沟通，完善补充修改征求意见稿。

2019年4月标准编制小组与东北轻合金有限责任公司、中国铝业郑州有色金属研究院有限公司等联系，对标准进行复验和复核验证。参与单位对征求意见稿和试验报告提出了一些中肯的意见和建议。截止2019年7月，起草项目组汇总上述意见和建议，对征求意见稿进行了修改，形成了预审稿。

2019年7月全国有色金属标准化技术委员会在云南大理召开了GB/T 20975.24-201X 《铝及铝合金化学分析方法 第24部分：稀土总含量的测定》的预审会议，对标准进行了预审核。标准编制小组根据预审会议的精神和指示以及标准征求意见稿提出的意见对GB/T 20975.24-201X 《铝及铝合金化学分析方法 第24部分：稀土总含量的测定》（预审稿）和《铝及铝合金化学分析方法 第24部分：稀土总含量的测定》编制说明（预审稿）进行了修订完善。

二、标准编制的原则

GB/T 20975.24-201X《铝及铝合金化学分析方法 第24部分：稀土总量的测定》起草项目组，确定标准编审原则如下：

1）以满足我国铝行业的实际生产和使用的需要为原则，提高标准的适用性。

2）以与实际相结合为原则，提高标准的可操作性。

3）充分考虑国家法律、安全、卫生、环保法规的要求。

4）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》、GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分:试验方法标准》，按有关国家标准编写示例的要求进行格式和结构编写。

三 、确定标准主要内容的依据

查阅了相关资料，拟定了试验方案，通过大量的条件试验确定了三溴偶氮胂分光光度法中盐酸、草酸、乙醇、过氧化氢、三溴偶氮胂以及干扰离子硅、铁、铜的影响和草酸盐重量法中沉淀剂的选择、沉淀条件的选择、共存离子的影响等内容，通过铝合金标准样品验证及精密度试验确定了方法的重复性限和再现性限。本标准具有操作简便、准确度较好等优点。通过铝合金标准样品重复性实验，效果良好，具体工作内容如下：

1、盐酸对测定的影响

移取6份2.0ml铈标准溶液2µg/ml，加入相应的基体铝溶液，分别加入不同体积的盐酸（1+1），结论： 盐酸的加入量对测定有影响，所以要保持发色时的酸度在1mol/L, 盐酸加入量过多或过少都会影响测定结果，加入2.0ml盐酸（1+1）适宜。

2、草酸对测定的影响

移取5份2.0ml铈标准溶液2µg/ml，加入相应的基体铝溶液，分别加入不同体积的草酸溶液，结论：草酸的加入量对测定有一定的影响，准确加入草酸2.0ml结果最好。

3、乙醇对测定的影响

移取5份2.0ml铈标准溶液2µg/ml，加入相应的基体铝溶液，分别加入不同体积的乙醇溶液，结论：乙醇的加入量对测定有影响，根据以上结果可以看出，准确加入乙醇2.0ml结果最好。

4、过氧化氢对测定的影响

移取5份2.0ml铈标准溶液2µg/ml，加入相应的基体铝溶液，分别加入不同体积的过氧化氢，结论：过氧化氢的加入量对测定有一定的影响，如果不加过氧化氢，结果会偏低。加入过氧化氢3滴结果适宜。

5、三溴偶氮胂对测定的影响

铈组稀土总量在0.0010%~0.60%之间：

移取5份1.50ml铈标准溶液2µg/ml，加入相应的基体铝溶液，分别加入不同体积的三溴偶氮胂溶液结论：三溴偶氮胂的加入量对测定有很大的影响，应准确加入三溴偶氮胂5.0ml。

铈组稀土总量在0.60%~2.50%之间：

移取5份1.00ml铈标准溶液10µg/ml，加入相应的基体铝溶液，分别加入不同体积的三溴偶氮胂溶液，结论：三溴偶氮胂的加入量对测定有很大的影响，根据以上结果可以看出，准确加入三溴偶氮胂10.0ml。

6、基体对测定的影响

移取5份2.0ml铈标准溶液2µg/ml，加入基体铝溶液（4mg/ml），结果如下，结论：基体对测定有一定的影响，所以要保持试样和曲线的基体一致。

7、空白的影响

此测定方法主要是利用三溴偶氮胂与铈组稀土形成稳定的兰紫色络合物，进行测定。三溴偶氮胂是带有颜色的试剂，所以空白就带有一定的颜色，而且空白消光比较高，每一次的空白消光不一样，一定按标准每次分析都做空白试验。

8干扰离子情况

8.1、硅的影响

移取4份1.0ml铈标准溶液10µg/ml，加入相应的基体铝溶液，分别加入硅标准溶液10µg/ml，结论：硅含量在比稀土含量低、相当和高出稀土总量2倍时，都不会对测定结果有影响。

8.2、铜的影响

移取4份1.0ml铈标准溶液10µg/ml，加入相应的基体铝溶液，分别加入铜标准溶液10µg/ml，结论：铜含量在比稀土含量低、相当和高出稀土总量2倍时，都不会对测定结果有影响。

8.3、硅、铁、铜的联合影响

移取4份1.0ml铈标准溶液10µg/ml，加入相应的基体铝溶液，分别加入硅标准溶液10µg/ml、铜标准溶液10µg/ml、铁标准溶液10µg/ml，结论：硅、铁、铜含量在比稀土含量低、相当和高出稀土总量2倍时，都不会对测定结果有影响。

9、氢氧化钠分离Al，Fe元素效率

将经过氢氧化钠分离的沉淀经过充分溶解，利用ICPAES测定其中Al，Fe元素的含量。实验发现，样品中Al，Fe元素残余量不大于500µg，结合称样量，可计算出残余的Al，Fe元素含量不大于0.0050%。可以认为经过氢氧化钠分离后，样品中的Al，Fe元素已经被分离完全。

10、沉淀剂种类的选择

实验对比了使用草酸乙醇溶液和草酸丙酮溶液作为沉淀剂的回收率。结果证明草酸乙醇溶液和草酸丙酮溶液都可以作为沉淀剂，稀土元素的回收率皆良好。但考虑到乙醇相比于丙酮对于环境更加友好，故选择草酸乙醇作为沉淀剂。

11、沉淀剂用量的选择

设计一组实验，对比了沉淀剂的用量分别为20mL、40mL、60mL和80mL时的回收率。实验结果表明，沉淀剂用量从20mL到80mL的改变对于目标元素的回收率没有显著的影响，所以从节省试剂的角度选择20mL草酸乙醇溶液作为沉淀剂。

12、沉淀水浴保温时间的选择

设计一组实验，对比了沉淀水浴保温时间分别为1h、2h和3h时的回收率。实验结果表明，水浴保温时间从1h到3h， 目标元素的回收率没有显著变化，故选择水浴保温1h作为沉淀时间。

13、沉淀水浴保温后放置时间的选择

设计一组实验，对比了沉淀水浴保温1h后分别放置1h、2h和5h时的回收率。实验结果表明，水浴后放置2h，目标元素的回收率最稳定且最接近100%，故选择水浴后放置2h。

14、样品分析结果

按照分析步骤，对不同含稀土含量的4个铝及铝合金样品进行独立分析，各得到11个数据，四个铝合金样品的测定RSD在0.34%~3.49%之间，该方法精密度良好。数据见附录。

四、标准的水平分析

1、采用国际标准和国外先进标准的程度（IDT、MOD或NEQ）

GB/T 20975.24-201X《铝及铝合金化学分析方法 第24部分：稀土总量的测定》中方法一是三溴偶氮胂分光光度法。稀土总量的测定范围扩大为：0.0010% ～2.50%；方法二草酸盐重量法，稀土总量的测定范围扩大为1.50%～15.0%

2、国际、国外同类标准水平的对比分析

本标准涉及内容全面、条款详细，在制定过程中吸纳了国内、外最新相关技术，达到了国际先进水平。

3、与现有标准及制定中标准协调配套的情况

本标准是GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》系列国家标准中的一部分，主要应用于分析铝及铝合金产品中稀土总含量。

五、与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系

本标准不涉及与任何国家法律、法规、规章及强制国家标准冲突问题，标准的制定符合国家相关法律、法规、规章的要求。本标准所引用的规范性文件全部是我国现行有效的国家标准或行业标准，是本标准的一部分，引用这些标准后，使本标准等要求与现行的相关法律、法规、规章及相关标准的关系不矛盾、不冲突，其相互关系非常协调。

六、标准中如涉及专利，应有明确的知识产权说明

本标准不涉及任何专利或知识产权。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

无

八、贯彻标准的要求和措施建议

本标准是GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》系列国家标准中的一部分，建议本标准为推荐性国家标准。

九、贯彻标准的要求和措施建议

建议本标准尽快发布。

十、废止现行有关标准的建议

本标准颁布实施后，建议废止GB/T 20975.24-2008《铝及铝合金化学分析方法 第24部分：稀土总量的测定》。

十一、其他应予说明的事项

本标准遵守下列基础标准：

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

GB/T 20001.4-2015 标准编写规则第4部分：试验方法标准

GB/T 17433 冶金产品化学分析基础术语

GB/T 11792 测试方法的精密度在重现性或再现性条件下所得测试结果可接受的检查和最终测试结果的确定

GB/T 3101 有关量、单位和符合的一般原则

GB/T 3102.8 物理化学和分子物理学的量和单位

GB/T 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

十二、预期效果

近些年来，我国有色金属的发展日新月异，产量和质量都得到了极大的提高，其中铝作为主要的有色金属占有及其重要的地位，电解铝的产量已突破4000万吨，牢牢占据世界首位。随着我国经济的快速发展，各种牌号的铝合金产品不断涌现，铝合金的用途也日益广泛，广泛应用于建筑、食品、医药、航空航天、高铁轻轨等方方面面，其质量和分析检测方法也越来越受到多方面的关注。所以就必须有更加科学、准确、快速、更加适用的分析检测方法标准进行技术支撑，以满足各种产品化学成分分析检测。

GB/T 20975-201X《铝及铝合金化学分析方法》是我国铝及铝合金化学成分分析测定的仲裁标准，是我国铝行业基础标准之一，也是目前世界上检测项目最全、技术水平最高的分析方法标准。GB/T 20975.24-201X《铝及铝合金化学分析方法 第24部分：稀土总量的测定》是我国铝及铝合金中稀土总含量测定的主要标准，是我国铝工业中分析检测的基础标准之一。随着我国铝工业的发展，新技术、新工艺的应用，新产品的开发，必须有更加科学、准确、快速、更加适用的分析、检测方法的标准进行技术支撑，以满足各种产品的化学成分分析、检测。

本次修订对原标准做了系统的修改、补充和完善，无论是在分析方法准确性还是在方法的适用性、前瞻性、可操作性上都有了很大的提高和扩充，达到国际先进水平要求。新版标准全面反映了我国铝及铝合金化学检测技术水平，有利于促进国内铝生产企业进一步完善分析检测手段，进一步提升产品质量，提升我国在军工、航空航天、食品、医药等领域的技术水平。能够满足中国铝工业的实际使用和未来发展的需求，为中国铝工业的发展提供了基础性的技术支撑。

GB/T 20975.24标准起草项目组

2019年9月

附件:

1、三溴偶氮胂分光光度法《验证报告》2份；

2、草酸重量法《研究报告》1份《复验报告》、《复核报告》、《验证报告》共6份。

1、三溴偶氮胂分光光度法验证报告：

中铝郑州有色金属研究院有限公司按照《试验报告》和《标准文本讨论稿》对本方法进行了验证，对4个铝合金样品分别进行了11次独立测试，分析测定结果见表1。

表1

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 测定次数 | Al-RE-03-32  % | RE-Al-01-1  % | RE-Al-01-5  % | 试样2.5  % |
| 1 | 0.00585 | 0.1012 | 1.145 | 2.578 |
| 2 | 0.00582 | 0.1004 | 1.132 | 2.557 |
| 3 | 0.00604 | 0.1010 | 1.143 | 2.591 |
| 4 | 0.00587 | 0.0997 | 1.151 | 2.572 |
| 5 | 0.00581 | 0.1011 | 1.148 | 2.577 |
| 6 | 0.00607 | 0.1018 | 1.158 | 2.571 |
| 7 | 0.00602 | 0.1027 | 1.162 | 2.632 |
| 8 | 0.00571 | 0.1022 | 1.148 | 2.631 |
| 9 | 0.00584 | 0.0995 | 1.139 | 2.628 |
| 10 | 0.00582 | 0.1015 | 1.136 | 2.618 |
| 11 | 0.00601 | 0.1015 | 1.147 | 2.579 |
| 平均值，% | 0.0059 | 0.101 | 1.15 | 2.59 |
| SD，% | 0.00012 | 0.00098 | 0.0089 | 0.028 |
| RSD，% | 2.03 | 0.97 | 0.77 | 1.08 |

从表1中结果可以看出，4个样品中稀土总量测定结果的标准偏差（SD）在0.00012%～0.028%之间，相对标准偏差（RSD）在0.77%～2.03%之间，方法的精密度和准确度均良好，能够满足铝合金中稀土总量含量在0.001%～2.50%的测定。同意推荐为铝及铝合金中稀土总量的测定国家标准。

2、草酸盐重量法验证结果：

附录1：国标（北京）检验认证有限公司精密度试验结果

表1：精密度试验结果（国标公司）

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品  名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差/% | 相对标准偏差/% |
| AlRE2 | 1.93、1.94、1.99、2.15、2.06、1.98、1.98、2.11、2.05、2.00、2.08 | 2.02 | 0.071 | 3.49 |
| AlRE5 | 5.01、4.84、4.99、5.02、5.07、4.93、4.89、4.91、4.88、4.96、4.89 | 4.94 | 0.071 | 1.44 |
| AlRE10 | 10.12、10.15、10.11、10.11、10.12、10.22、10.14、10.13、10.14、10.18、10.11 | 10.14 | 0.034 | 0.34 |
| AlLa15 | 14.50、14.32、14.50、14.51、14.49、14.48、14.52、14.54、14.55、14.60、14.57 | 14.51 | 0.072 | 0.50 |

附录2：有研亿金新材料有限公司精密度试验结果

表2：精密度试验结果（有研亿金）

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品  编号 | 测定结果/% | 平均值/% | SD | RSD/% |
| AIRE2 | 1.95、1.98 、1.97、2.05、2.03、 1.99、1.97、1.88、1.95 、1.96 、1.98 | 1.97 | 0.044 | 2.23 |
| AIRE5 | 5.02 、5.03 、5.00 、4.95 、4.98 、4.87 、4.99、 4.78、5.05、4.92、4.96 | 4.96 | 0.079 | 1.58 |
| AIRE10 | 10.07、 10.08、 10.07 、10.07 、10.10 、10.05 、10.06 、 10.07 、10.09、10.05 、10.08 | 10.07 | 0.015 | 0.15 |
| AIRE15 | 14.60 、14.55、 14.36 、14.53、14.58 、14.33、14.49 、 14.58、14.39、14.45 、14.64 | 14.50 | 0.104 | 0.72 |

附录3：通标标准技术服务有限公司精密度试验结果

表3：精密度试验结果（SGS）

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品  编号 | 测定结果/% | 平均值/% | SD | RSD/% |
| AIRE2 | 1.95、1.95、1.96、1.92、1.93、 1.98、1.95、1.90、1.96、1.93、1.94 | 1.94 | 0.022 | 1.13 |
| AIRE5 | 4.91、4.91、4.92、4.90、4.91、4.88、4.90、 4.94、4.93、4.88、4.90 | 4.91 | 0.018 | 0.38 |
| AIRE10 | 9.82、9.89、9.90、9.88、9.91、9.80、9.86 、 9.84、9.90、9.88、9.89 | 9.87 | 0.036 | 0.36 |
| AIRE15 | 14.03、14.04、 14.20、14.09、14.11、14.06、14.16、14.10、14.17、14.05 、14.12 | 14.10 | 0.056 | 0.40 |

附录4：中铝郑州有色金属研究院有限公司精密度试验结果

表4：精密度试验结果（中铝郑州）

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品  名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准  偏差/% | 相对标准偏差/% |
| AlRE2 | 2.05、1.98、2.09、2.15、2.06、1.95、2.01、2.11、2.05、2.00、1.96 | 2.04 | 0.064 | 3.14 |
| AlRE5 | 4.86、5.04、4.99、5.12、4.97、5.02、4.89、4.87、5.10、4.96、4.99 | 4.98 | 0.086 | 1.73 |
| AlRE10 | 10.07、10.11、10.16、10.13、10.12、10.22、10.24、10.13、10.14、10.13、10.11 | 10.14 | 0.049 | 0.48 |
| AlLa15 | 14.55、14.32、14.43、14.57、14.59、14.41、14.42、14.50、14.47、14.57、14.62 | 14.50 | 0.093 | 0.64 |

附录5：长沙矿冶研究院有限责任公司精密度试验结果

表5：精密度试验结果（长沙矿冶）

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品  名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准  偏差/% | 相对标准偏差/% |
| AlRE2 | 2.09、1.90、2.05、2.06、1.95、2.14、2.03、2.08、2.15 | 2.05 | 0.082 | 3.99 |
| AlRE5 | 4.95、5.13、5.19、4.98、5.20、5.09、5.18、4.95、5.03 | 5.07 | 0.10 | 2.03 |
| AlRE10 | 10.23、10.19、10.20、10.15、10.18、10.22、10.25、10.17、10.16 | 10.19 | 0.033 | 0.33 |
| AlLa15 | 14.35、14.45、14.60、14.55、14.43、14.47、14.43、14.60、14.51 | 14.49 | 0.08 | 0.58 |

附录6：长沙矿冶研究院有限责任公司精密度试验结果

表5：精密度试验结果（北矿院）

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品  名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准  偏差/% | 相对标准偏差/% |
| AlRE2 | 2.02、1.97、2.08、1.95、2.01、2.03、1.99 | 2.01 | 0.043 | 2.13 |
| AlRE5 | 4.95、5.05、4.98、4.98、5.07、5.01、4.96 | 5.00 | 0.045 | 0.91 |
| AlRE10 | 10.07、10.13、10.09、10.11、10.15、10.05、10.1 | 10.10 | 0.034 | 0.34 |
| AlLa15 | 14.52、14.47、14.55、14.51、14.41、14.53、14.51 | 14.50 | 0.047 | 0.32 |

附录7：长沙矿冶研究院有限责任公司精密度试验结果

表5：精密度试验结果（华南理工）

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品  名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准  偏差/% | 相对标准偏差/% |
| AlRE2 | 2.16、2.13、2.23、2.25、1.83、1.98、1.95、2.17、2.25、1.86、2.24 | 2.10 | 0.161 | 7.67 |
| AlRE5 | 5.21、4.89、4.99、5.12、5.07、4.99、5.16、4.95、4.98、5.16、5.33 | 5.08 | 0.132 | 2.60 |
| AlRE10 | 10.32、10.25、10.10、10.33、10.12、10.39、10.26、10.15、10.04、10.28、10.41 | 10.24 | 0.123 | 1.20 |
| AlLa15 | 14.65、14.59、14.50、14.58、14.78、14.58、14.72、14.69、14.52、14.49、14.73 | 14.62 | 0.099 | 0.68 |

表19 重复性限、再现性限计算结果

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | AlRE2 | AlRE5 | AlRE10 | AlLa15 |
| 重复性  标准差Sr | 0.081 | 0.083 | 0.057 | 0.081 |
| 再现性  标准差SR | 0.081 | 0.083 | 0.058 | 0.85 |
| 重复性限  r | 0.227 | 0.233 | 0.159 | 0.227 |
| 再现性限  R | 0.227 | 0.233 | 0.163 | 0.239 |