

**发布**

**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**

**202X-XX-XX 实施**

**202X-XX-XX发布**

稀土金属及其氧化物中非稀土杂质

化学分析方法

第7部分：硅量的测定

Chemical analysis methods for non-rare earth impurities of rare earth metals and their oxides―― Part 7: Determination of silicon content

（预审稿）

**GB/T 12690.7—202X**

代替GB/T 12690.7-2003

**中华人民共和国国家标准**

ICS 77.120.99

H 14

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

GB/T 12690《稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法》共分为19个部分：

――第1部分：碳、硫量的测定 高频-红外吸收法；

――第2部分：稀土氧化物中灼减量的测定 重量法；

――第3部分：稀土氧化物中水分量的测定 重量法；

――第4部分：氧、氮量的测定 脉冲-红外吸收法和脉冲-热导法；

――第5部分：钴、锰、铅、镍、铜、锌、铝、铬、镁、镉、钒、铁量的测定；

――第6部分：铁量的测定 硫氰酸钾、1，10-二氮杂菲分光光度法；

――第7部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法；

――第8部分：钠量的测定 火焰原子吸收光谱法；

――第9部分：氯量的测定 硝酸银比浊法；

――第10部分：磷量的测定 钼蓝分光光度法；

――第11部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；

――第12部分：钍量的测定；

――第13部分：钼、钨量的测定；

――第14部分：钛量的测定；

――第15部分：钙量的测定；

――第16部分：氟量的测定 离子选择性电极法；

――第17部分：稀土金属中铌、钽量的测定；

――第18部分：锆量的测定；

――第19部分：砷、汞量的测定。

本部分为第7部分。

本部分代替GB/T 12690.7-2003《稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法 硅量的测定》。本部分与GB/T 12690.7-2003 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

——修改不同含量试样的称取量、定容体积、分取体积，并增添了金属试样的相关内容；

——修改样品溶解及浸取时采用硝酸代替原标准的盐酸；

——修改全硅测定时熔融熔剂的用量；

——修改抗坏血酸溶液的浓度及用量；

——修改硅钼杂多酸形成放置时间及显色时间为15min；

——修改显色波长为830nm；

——增加了方法2电感耦合等离子体光谱法。

本部分由全国稀土标准化技术委员会（SAC/TC 229）提出并归口。

本部分起草单位：

本部分主要起草人：

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法 第7部分：硅量的测定

1 范围

本部分规定了稀土氧化物中二氧化硅含量的测定方法。

本部分规定了稀土金属及其氧化物中酸溶硅含量的测定方法。

本部分适用于稀土金属及其氧化物中硅含量的测定。方法1测定范围(质量分数):0.0010%~0.20%，方法2测定范围(质量分数):0.010%~0.20%。当方法1与方法2测定范围重合时以方法1作为仲裁方法。

2 方法1：钼蓝分光光度法

2.1方法原理

测定稀土氧化物中二氧化硅含量时，试料用无水碳酸钠—硼酸混合熔剂熔融，稀硝酸浸出；测定稀土金属及其氧化物中酸溶硅含量时，试料用硝酸溶解。在0.12 mol/L ~0. 25 mol/L的酸性介质中，硅与钼酸铵生成硅钼杂多酸，用草—硫混酸分解磷、砷杂多酸，用抗坏血酸还原硅钼杂多酸为蓝色低价络合物，于分光光度计波长830nm处测量其吸光度。

2.2试剂

2.2.1 过氧化氢(30%).

2.2.2 硝酸(1+2)，优级纯。

2.2.3 硫酸(1+5)，优级纯。

2.2.4 氨水(1+3)，超纯。

2.2.5 抗坏血酸(50g/L)，用时配制。

2.2.6 草—硫混酸:1.0g草酸(优级纯)溶于100mL硫酸(2.2.3)中。

2.2.7 钼酸铵(50g/L):优级纯。

2.2.8 对硝基酚溶液(1g/L)。

2.2.9 高纯水。

2.2.10 混合熔剂:称取2g无水碳酸钠（优级纯）加1g硼酸（优级纯），研匀

2.2.11 硅标准贮存溶液:称取0.1000g二氧化硅(SiO2，纯度>99.9%，120℃烘干2h)，置于铂坩埚中，加人5g无水碳酸钠(优级纯)，于950℃~1000熔融至红色透明。稍冷后用热水(2.3.9)浸出，冷却。移人1000mL容量瓶中，用水(2.2.9)稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含100µg二氧化硅。

2.2.12 硅标准溶液:移取5.00mL硅标准贮存溶液(2.3.12)置于100mL容量瓶中，用水(2.3.9)稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含5µg二氧化硅。

注:以上液体试剂均保存于塑料瓶中。

2.3仪器

分光光度计

2.4试样

2.4.1氧化物试样于105 ℃烘2h，置于干燥器中，冷却至室温，立即称量。

2.4.2 金属试样需去掉表面氧化层，取样后立即称量。

2.5分析步骤

2.5.1试料

氧化物样品按表 1称取试料，精确至0. 0001 g

**表1**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 二氧化硅含量范围/% | 试料/g | 定容体积/mL | 分取试液体积/mL |
| 0.0010~0.0050 | 1.0000 | 50 | 10.00 |
| >0.0050~0.020 | 0.5000 | 100 | 10.00 |
| >0.020~0.10 | 0.2000 | 100 | 10.00 |
| >0.10~0.20 | 0.2000 | 200 | 5.00 |

金属试样按表2称取试料，精确至0. 0001 g

**表2**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 二氧化硅含量范围/% | 试料/g | 定容体积/mL | 稀释倍数 | 分取试液体/mL |
| 0.0010~0.0050 | 2.0000 | 100 | \ | 10.00 |
| >0.0050~0.020 | 2.0000 | 200 | \ | 5.00 |
| >0.020~0.10 | 2.0000 | 100 | 10 | 10.00 |
| >0.10~0.20 | 2.0000 | 200 | 10 | 5.00 |

2.5.2测定次数

称取两份试料进行平行测定，取其平均值。

2.5.3空白试验

随同试料做空白试验。

2.5.4分析试液的制备

2.5.4.1将(除二氧化铈外)试料(2.5.1)置于100mL塑料杯中，加人10mL硝酸(2.2.2)，于沸水浴中或控温电热板上95℃加热至溶解完全，冷却。按2.5.1移入相应容量瓶中，用水(2.2.9)稀释至刻度，混匀。

2.5.4.2按将二氧化铈试料(2.5.1)置于100mL塑料杯中，加人10mL硝酸(2.2.2)及5mL过氧化氢(2.2.1)，于室温下放置5min，于沸水浴中或控温电热板上95℃加热至溶解完全并蒸至溶液呈黄色，不再有小气泡出现，加人5ml硝酸(2.2.2)，冷却。按2.5.1移入相应容量瓶中，用水(2.2.9)稀释至刻度，混匀。

2.5.4.3将稀土氧化物（除二氧化铈）试料(2.6.1)置于盛有3.00g混合熔剂(2.2.10)的铂坩埚中，搅匀，以1.00g混合熔剂(2.2.10)覆盖，盖上铂盖，于950℃~1000℃熔融15min，中间取出摇动一次，取出冷却，将铂坩埚置于聚四氟乙烯烧杯中，加10mL水(2.2.9)，20mL硝酸(2.2.2)，低温加热浸取，洗净坩埚，取出，于沸水浴中或控温电热板上95℃加热至溶解完全，冷却。按2.6.1移入相应容量瓶中，用水(2.2.9)稀释至刻度，混匀。

2.5.4.4将二氧化铈试料(2.5.1)置于盛有3.00g混合熔剂(2.2.10)的铂坩埚中，搅匀，以1.00g混合熔剂(2.2.10)覆盖，盖上铂盖，于950℃-1000℃熔融15min，中间取出摇动一次，取出冷却，将铂坩埚置于聚四氟乙烯烧杯中，加10mL水(2.2.9)，20mL硝酸(2.2.2)，3滴~5滴过氧化氢(2.2.1)，低温加热浸取，洗净钳祸，取出。加1mL-2mL过氧化氢(2.2.1)助溶，于沸水浴中或控温电热板上95℃加热至溶解完全并蒸至溶液呈黄色，不再有小气泡出现，加人5ml硝酸(2.2.2)，按2.6.1移入相应容量瓶中，用水(2.2.9)稀释至刻度，混匀。

2.5.4.5按表1分取试液(2.5.4.1-2.5.4.2或2.5.4.3-2.5.4.4)于25mL比色管中，加人1滴对硝基酚溶液(2.2.8)，用氨水(2.2.4)调溶液至黄色，加人0.4mL硫酸(2.2.3),混匀。加人2.5mL，钼酸铵溶液(2.2.7),混匀。在不低于20℃的室温下放置15min，加人5mL草—硫混酸(2.2.6),混匀。加人0.5mL抗坏血酸(2.2.5)，用水(2.2.9)稀释至刻度，混匀，放置15min。

2.5.4.6移取部分溶液(2.5.4.5)于3cm吸收他中，用空白试验溶液为参比(有色稀土离子试料用含有与被测溶液等浓度试料的空白溶液为参比)，于分光光度计波长830nm处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的二氧化硅量。

2.5.5工作曲线的绘制

2.5.5.1 移取0，0.40mI，0.80mL，1.20mL，2.00mL，3.00mL，4.00mL，硅标准溶液(2.3.12)，分别置于一组25ml比色管中，用水(2.3.9)稀释至10mL，以下按(2.6.4.5)进行。

2.5.5.2 移取部分溶液(2.5.5.1)于3cm吸收池中，用试剂空白溶液为参比，于分光光度计波长830nm处测量其吸光度。以二氧化硅量为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

2.6分析结果的计算与表述

2.6.1按式(1)计算稀土氧化物中二氧化硅的质量分数，数值以%表示:

式中:

— 自工作曲线上查得的二氧化硅量，单位为微克(µg)；

— 试液总体积，单位为毫升(mL)；

— 试料的质量，单位为克(g)；

— 分取试液体积，单位为毫升(mL)。

2.6.2 按式(2)计算稀土金属中硅的质量分数，数值以% 表示 :

式中:

— 由式(1)求得的二氧化硅的质量分数，% ;

0.4675— 由二氧化硅量换算成硅量的系数。

2.7精密度

2.7.1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3数据采用线性内插法求得：

表3

|  |  |
| --- | --- |
| 二氧化硅质量分数/% | 重复性限（r）a/% |
| 0.0018 | 0.0004 |
| 0.013 | 0.0040 |
| 0.10 | 0.010 |
| 0.20 | 0.015 |
| 注a：重复性限（r）为2.8×Sr，Sr为重复性标准差。 | |

2.8.2允许差

实验室之间分析结果的差值不应大于表4所列允许差。

表4

|  |  |
| --- | --- |
| 二氧化硅质量分数/% | 允许差/% |
| 0.0010~0.0040 | 0.0005 |
| >0.0040~0.0080 | 0.0010 |
| >0.0080~0.020 | 0.0020 |
| >0.020~0.040 | 0.0040 |
| >0.040~0.080 | 0.010 |
| >0.080~0.120 | 0.020 |
| >0.12~0.20 | 0.030 |

3 方法2：电感耦合等离子体原子发射光谱法

3.1方法原理

试料硝酸溶解，在稀酸介质中，直接以氩等离子体光源激发，采用基体匹配法进行光谱测定，计算试样中硅的含量。

3.2试剂

3.2.1过氧化氢，优级纯30 %。

3.2.2硝酸（1+1），优级纯。

3.2.3二氧化硅标准贮存溶液：准确称取0.5000 g经120℃烘至恒重的二氧化硅[*w*（SiO2）≥99.9 %]，置于铂坩埚中加入5.0 g优级纯无水碳酸钠，于950 ℃~1000 ℃熔融至红色透明 。稍冷后于200 mL聚四氟乙烯烧杯中用热水浸取，加热至溶液澄清，冷却后移入500 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg 二氧化硅。保存于塑料瓶中。。

3.2.4二氧化硅标准溶液：移取10.00 mL硅标准贮存溶液（2.2.3）置于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含100 ug 二氧化硅。保存于塑料瓶中。

3.2.5氧化镧基体溶液：称取25.000 g经900 ℃灼烧 1h的氧化镧[w（La2O3/REO）≥99.99 %，*w*（REO）≥99.5 %，*w*（SiO2）＜0.0020 %或已知]，置于500mL烧杯中，加入100 mL水，缓慢加入100 mL硝酸（2.2.2）低温加热至溶解完全，取下冷却至室温。溶液移入500 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含50 mg氧化镧。

3.2.6氧化铈基体溶液：称取25.000 g经900 ℃灼烧1 h的氧化铈[w（CeO2/REO）≥99.99 %，*w*（REO）≥99.5 %，*w*（SiO2）＜0.0020 %或已知]，置于500mL烧杯中，加入100mL水，缓慢加入100mL硝酸（2.2.2），滴加过氧化氢（2.2.1）助溶。低温加热至溶解完全,并赶尽气泡，取下冷却至室温。溶液移入500mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含50mg氧化铈。

3.2.7氧化镨基体溶液：称取25.000 g经900 ℃灼烧1 h的氧化镨[*w*（Pr6O11/REO）≥99.99 %，*w*（REO）≥99.5 %，*w*（CaO）＜*w*（SiO2）＜0.0020 %或已知]，置于500mL烧杯中，加入10 0mL水，缓慢加入100 mL硝酸（2.2.2）低温加热至溶解完全，取下冷却至室温。溶液移入500 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含50 mg氧化镨。

3.2.8氧化钕基体溶液：称取25.000g经900℃灼烧1h的氧化钕[*w*（Nd2O3/REO）≥99.999%，*w*（REO）≥99.5%，*w*（SiO2）＜0.0020 %或已知]，置于500mL烧杯中，加入100mL水，缓慢加入100 mL硝酸（2.2.2）低温加热至溶解完全，取下冷却至室温。溶液移入500mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含50mg氧化钕。

3.2.9氧化钐基体溶液：称取25.000g经900℃灼烧1h的氧化钐[*w*（Sm2O3/REO）≥99.999%，*w*（REO）≥99.5%，*w*（SiO2）＜0.0020 %或已知]，置于500mL烧杯中，加入100mL水，缓慢加入100 mL硝酸（2.2.2）低温加热至溶解完全，取下冷却至室温。溶液移入500mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含50mg氧化钐。

3.2.10氧化铕基体溶液：称取25.000g经900℃灼烧1h的氧化铕[*w*（Eu2O3/REO）≥99.999%，*w*（REO）≥99.5%，*w*（SiO2）＜0.0020 %或已知]，置于500mL烧杯中，加入100mL水，缓慢加入100 mL硝酸（2.2.2）低温加热至溶解完全，取下冷却至室温。溶液移入500mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含50mg氧化铕。

3.2.11氧化钆基体溶液：称取25.000g经900℃灼烧1h的氧化钆[*w*（Gd2O3/REO）≥99.999%，*w*（REO）≥99.5%，*w*（SiO2）＜0.0020 %或已知]，置于500mL烧杯中，加入100mL水，缓慢加入100 mL硝酸（2.2.2）低温加热至溶解完全，取下冷却至室温。溶液移入500mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含50mg氧化钆。

3.2.12氧化铽基体溶液：称取25.000g经900℃灼烧1h的氧化铽[*w*（Tb4O7/REO）≥99.999%，*w*（REO）≥99.5%，*w*（SiO2）＜0.0020 %或已知]，置于500mL烧杯中，加入100mL水，缓慢加入100 mL硝酸（2.2.2），滴加过氧化氢（2.2.1）助溶。低温加热至溶解完全，并赶尽气泡，取下冷却至室温。溶液移入500mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含50mg氧化铽。

3.2.13氧化镝基体溶液：称取25.000g经900℃灼烧1h的氧化镝[*w*（Dy2O3/REO）≥99.999%，*w*（REO）≥99.5%，*w*（SiO2）＜0.0020 %或已知]，置于500mL烧杯中，加入100mL水，缓慢加入100 mL硝酸（2.2.2）低温加热至溶解完全，取下冷却至室温。溶液移入500mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含50mg氧化镝。

3.2.14氧化钬基体溶液：称取25.000g经900℃灼烧1h的氧化钬[*w*（Ho2O3/REO）≥99.999%，*w*（REO）≥99.5%，*w*（SiO2）＜0.0020 %或已知]，置于500mL烧杯中，加入100mL水，缓慢加入100 mL硝酸（2.2.2）低温加热至溶解完全，取下冷却至室温。溶液移入500mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含50mg氧化钬。

3.2.15氧化铒基体溶液：称取25.000g经900℃灼烧1h的氧化铒[*w*（Er2O3/REO）≥99.999%，*w*（REO）≥99.5%，*w*（SiO2）＜0.0020 %或已知]，置于500mL烧杯中，加入100mL水，缓慢加入100 mL硝酸（2.2.2）低温加热至溶解完全，取下冷却至室温。溶液移入500mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含50mg氧化铒。

3.2.16氧化铥基体溶液：称取25.000g经900℃灼烧1h的氧化铥[*w*（Tm2O3/REO）≥99.999%，*w*（REO）≥99.5%，*w*（SiO2）＜0.0020 %或已知]，置于500mL烧杯中，加入100mL水，缓慢加入100 mL硝酸（2.2.2）低温加热至溶解完全，取下冷却至室温。溶液移入500mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含50mg氧化铥。

3.2.17氧化镱基体溶液：称取25.000g经900℃灼烧1h的氧化镱[*w*（Yb2O3/REO）≥99.999%，*w*（REO）≥99.5%，*w*（SiO2）＜0.0020 %或已知]，置于500mL烧杯中，加入100mL水，缓慢加入100 mL硝酸（2.2.2）低温加热至溶解完全，取下冷却至室温。溶液移入500mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含50mg氧化镱。

3.2.18氧化镥基体溶液：称取25.000g经900℃灼烧1h的氧化镥[*w*（Lu2O3/REO）≥99.999%，*w*（REO）≥99.5%，*w*（SiO2）＜0.0020 %或已知]，置于500mL烧杯中，加入100mL水，缓慢加入100 mL硝酸（2.2.2），滴加过氧化氢（2.2.1）助溶。低温加热至溶解完全，并赶尽气泡，取下冷却至室温。溶液移入500mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含50mg氧化镥。

3.2.19氧化钇基体溶液：称取25.000g经900℃灼烧1h的氧化钇[*w*（Y2O3/REO）≥99.999%，*w*（REO）≥99.5%，*w*（SiO2）＜0.0020 %或已知]，置于500mL烧杯中，加入100mL水，缓慢加入100 mL硝酸（2.2.2）低温加热至溶解完全，取下冷却至室温。溶液移入500mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含50mg氧化钇。

3.2.20氩气[φ（Ar）≥99.99％]。

3.3仪器

3.3.1电感耦合等离子体发射光谱仪，分辨率小于0.006nm（200nm处）。

3.3.2光源：氩等离子体光源。

3.4试样

3.4.1氧化物试样于105 ℃烘1 h，置于干燥器中，冷却至室温，立即称量。

3.4.2金属试样应去掉表面氧化层，取样后立即称量。

3.5分析步骤

3.5.1试料

称取0.50 g氧化物试样（2.4.1），精确至0.0001g；

称取金属试样（2.4.2）时，需结合表5中换算系数*k*折算0.50 g氧化物相应称样量, 精确至0.0001g。

表5

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 试样种类 | 换算系数*k* | 试样种类 | 换算系数*k* |
| 镧 | 0.8526 | 镝 | 0.8713 |
| 铈 | 0.8140 | 钬 | 0.8730 |
| 镨 | 0.8277 | 铒 | 0.8745 |
| 钕 | 0.8573 | 铥 | 0.8756 |
| 钐 | 0.8624 | 镱 | 0.8782 |
| 铕 | 0.8636 | 镥 | 0.7894 |
| 钆 | 0.8676 | 钇 | 0.7874 |
| 铽 | 0.8502 | -- | -- |

3.5.2测定次数

称取两份试料进行平行测定，取其平均值。

3.5.3空白试验

随同试料做空白试验。

3.5.4分析试液的制备

按3.5.1准确称取试料于150 mL烧杯中，加水润湿，加入5 mL硝酸（2.2.2）及数滴过氧化氢（2.2.2），低温加热至试样完全溶解。冷却至室温后移入100mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。待测。

3.5.5系列标准溶液的配制

3.5.5.1 分别移取二氧化硅标准溶液（3.2.4）0 mL、1.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL于5个100 mL容量瓶中，加入1 mL硝酸（3.2.1），以水稀释至刻度，混匀，配制成工作曲线系列。该标准系列溶液中二氧化硅的质量浓度分别为0 μg/mL、1.00 μg/mL、5.00 μg/mL、10.00 μg/mL、20.00μg/mL。用于测定空白试液。

3.5.5.2 根据所测试样种类，分别移取二氧化硅标准溶液（3.2.4）0 mL、1.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL于5个已加入5 mg/mL相应氧化物基体溶液（3.2.5~3.2.22）的100 mL容量瓶中，加入1 mL硝酸（2.2.1），以水稀释至刻度，混匀，配制成工作曲线系列。该标准系列溶液中二氧化硅的质量浓度分别为0 μg/mL、1.00 μg/mL、5.00 μg/mL、10.00 μg/mL、20.00μg/mL。用于测定待测试液。

3.6测定

3.6.1推荐分析线见表6。

表6

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 基体元素 | 分析线/nm | 基体元素 | 分析线/nm |
| La | 215.611 | Dy | 212.412 |
| Ce | 215.611 | Ho | 215.611 |
| Pr | 215.611、212.412 | Er | 215.611 |
| Nd | 215.611 | Tm | 215.611、212.412 |
| Sm | 215.611 | Yb | 288.158、212.412 |
| Eu | 215.611 | Lu | 215.611 |
| Gd | 215.611 | Y | 215.611 |
| Tb | 250.690 | - | - |

3.6.2将空白试液（2.5.3）、分析试液（2.5.4）与系列标准溶液（2.5.5）同时进行氩等离子光谱测定。

3.7分析结果的计算与表述

按式（1）计算试样中硅或二氧化硅的质量分数*w*（%）：



式中：

*k* ——0.46743，硅的单质与其氧化物的换算系数（计算二氧化硅含量时，*k*=1）；

*ρ*——自工作曲线上查得的被测试液中硅或二氧化硅的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

*ρ0*——自工作曲线上查得的空白试液中硅或二氧化硅的的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

*V*——试液总体积，单位为毫升(mL)；

*m*——试料的质量，单位为克（g）。

3.8精密度

3.8.1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7数据采用线性内插法求得：

表7

|  |  |
| --- | --- |
| 二氧化硅质量分数/% | 重复性限（r）a/% |
|  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |
| 注a：重复性限（r）为2.8×Sr，Sr为重复性标准差。 | |

3.8.2允许差

实验室之间分析结果的差值不应大于表8所列允许差。

表8

|  |  |
| --- | --- |
| 二氧化硅质量分数/% | 允许差/% |
|  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |

4质量保证和控制

定期用自制的控制标样（如有国家级或行业级标样时，应首先使用）校核一次本标准分析方法的有效性。当过程失控时，应找出原因，纠正错误，重新进行校核。