氧化锆、氧化铪化学分析方法

第12部分：氧化锆中硼、钠、镁、铝、硅、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、钼、镉、铪、铅、铋含量的测定

电感耦合等离子体质谱法

**预审稿**

**编 制 说 明**

国合通用测试评价认证股份公司

2021年7月

一、工作简况

1、任务来源

1.1 计划批复

2019年12月，工业和信息化部下达2019年第四批行业标准制修订和外文版项目计划-工信厅科函 [ 2019 ] 276号文件，其中YS/T 568.12《氧化锆、氧化铪化学分析方法 第12部分：氧化锆中硼、钠、镁、铝、硅、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、钼、镉、铪、铅、铋含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》的制定工作由国合通用测试评价认证股份有限公司、国标（北京）检验认证有限公司负责起草，项目计划编号为2019-1743T-YS，完成年限2021年。

1.2 项目编制组单位及变化情况

编制组成员包括国核锆铪理化检测有限公司、西部新锆核材料科技有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、有研亿金新材料有限公司、广东省工业分析检测中心、有研资源环境技术研究院（北京）有限公司。

2、主要参加单位和工作成员及其所做的工作

2.1主要参加单位情况

国合通用测试评价认证股份公司，是本项目负责起草单位，公司隶属于有研科技集团，是国家新材料测试评价平台-主中心承建单位，为中国新材料测试评价联盟秘书处挂靠单位。国标（北京）检验认证有限公司作为国合通用测试评价认证股份公司的全资子公司，前身是北京有色金属研究总院分析测试技术研究所，管理并运营着国家有色金属及电子材料分析测试中心与国家有色金属质量监督检验中心。

国合通用测试评价认证股份公司、国标（北京）检验认证有限公司作为起草单位，在标准制定过程中需承担以下工作：负责统一样品的收集与发放；负责完成ICP-MS测定氧化锆中杂质元素的试验方案并撰写试验报告；负责组织验证单位完成验证报告，并在综合各验证单位意见的基础上提出《标准征求意见稿》；负责汇总精密度数据，完成数理统计工作；负责意见征集与汇总；并负责在标准预审会、审定会上进行项目介绍与答辩，最终形成报批稿，协助标准化技术委员会秘书处完成标准的报批工作。

国核锆铪理化检测有限公司是方法的一验单位，负责逐条验证《试验报告》的章条款，对方法的可行性进行论证并给出结论；负责提供本试验室公共样品的原始测定数据；协助起草单位完成标准报批稿的校核工作。

西部新锆核材料科技有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、有研亿金新材料有限公司、广东省工业分析检测中心是方法的二验单位，主要按照《试验报告》中的试验步骤完成公共样品的测定并提供原始测定数据，对于试验中发现的问题及时反馈给起草单位。有研资源环境技术研究院（北京）有限公司负责氧化锆公共样品的制备工作。

上述起草及验证单位均具备丰富的标准起草经验，多次参与国家标准及行业标准的制修订工作。在工作组的共同努力下，YS/T 568.12《氧化锆、氧化铪化学分析方法 第12部分：氧化锆中硼、钠、镁、铝、硅、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、钼、镉、铪、铅、铋含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》必将顺利、高质量的完成。

2.2主要工作成员所负责的工作情况

本标准主要起草人及工作职责见表1。

表1 主要起草人及工作职责

|  |  |
| --- | --- |
| 起草人 | 工作职责 |
| 墨淑敏、李爱嫦 | 负责方法的起草，各阶段标准文本、编制说明的编写、数据统计等。 |
| 邱长丹、王长华 | 组织协调并协助完成ICP-MS的相关试验。 |
| 李娜、陈雄飞 | 对标准文本进行了审查，并提供了相关的技术指导。 |
| 汪澜 | 负责方法一验工作，对ICP-MS的条件实验进行了验证，并完成精密度原始数据。 |
| 石志霞 | 负责生产氧化锆公共样品。 |
| 任洁、顾续盛、刘朝方、王津 | 负责二验，提供了精密度原始数据。 |

3、主要工作过程

3.1 立项阶段

2019年4月，国合通用测试评价认证股份公司向全国有色金属标准化技术委员会提交了《氧化锆、氧化铪化学分析方法 第12部分：氧化锆中硼、钠、镁、铝、硅、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、钼、镉、铪、铅、铋含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》行业标准项目建议书、标准草案及项目论证报告等申报材料，并于稀有分标委会议进行现场答辩。经分标委委员讨论、同意后，由秘书处上报。2019年12月，工业和信息化部下达工信厅科函 [ 2019 ] 276号文件，正式批复本项目，项目计划编号为2019-1743T-YS，完成年限2021年。

3.2 起草阶段

（1）任务落实

2020年7月17日全国有色金属标准化技术委员会召开网络会议，对本项目进行任务落实。会议确定负责起草单位为国合通用测试评价认证股份有限公司；国核锆铪理化检测有限公司、西部新锆核材料科技有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、有研亿金新材料有限公司、广东省工业分析检测中心等5家单位参与本方法的验证；有研资源环境技术研究院（北京）有限公司提出为本项目提供公共试验用样品。会议确定了项目的时间进度安排，预计：2020年11月起草单位完成实验工作，形成讨论稿，并将研究报告及样品发送各验证单位；2021年7月召开预审会；2021年9月召开审定会。

（2）样品收集及试验研究

国合通用测试评价认证股份有限公司接受任务后，成立了YS/T 568.12《氧化锆、氧化铪化学分析方法》研发小组。2020年8月，有研资源环境技术研究院（北京）有限公司及国核锆铪理化检测有限公司将氧化锆公共样品寄送到国合通用测试评价认证股份有限公司。

编制组人员对样品溶解、测试参数等条件实验进行摸索、优化。2020年9月，国合通用测试评价认证股份有限公司对实验数据进行整理，完成了方法的《试验报告》并提出YS/T 568.12 《氧化锆、氧化铪化学分析方法 第12部分：氧化锆中硼、钠、镁、铝、硅、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、钼、镉、铪、铅、铋含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》（讨论稿）。

（3）验证单位验证

起草单位9月底将样品和方法研究报告邮寄给各验证单位进行数据的验证工作。各验证单位广泛提出意见。截止2020年12月，各验证单位陆续完成标准的验证工作并返回验证报告。汇总各验证单位的意见，主要有以下几个方面：

1）“当质量分数＜0.0010%时，计算结果保留1位有效数字；质量分数≥0.0010%时，保留两位有效数字。”建议修改为“当质量分数<0.0010%时，计算结果保留至小数点后第4位”。要表达的意思基本一致，为保持前后一致，暂时不做改动，增加“数值修约按照GB/T 8170规定执行”；

2）内标元素加入方法可以为在线方式。采纳，“内标元素也可在线加入”；

3）增加Ca、Cd推荐质量数。采纳，兼顾不同厂家、不同型号仪器。

综合验证单位意见，起草单位对讨论稿进行修改完善，形成了YS/T 568.12《氧化锆、氧化铪化学分析方法 第12部分：氧化锆中硼、钠、镁、铝、硅、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、钼、镉、铪、铅、铋含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》（征求意见稿）。

3.3 征求意见阶段

编制组通过发函、中国有色金属标准质量信息网上公开、召开工作会议等方式对YS/T 568.12《氧化锆、氧化铪化学分析方法 第12部分：氧化锆中硼、钠、镁、铝、硅、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、钼、镉、铪、铅、铋含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》（征求意见稿）征求意见。

（1）第一次工作会议

2021年5月26日~28日在浙江杭州召开第一次工作会议，来自20多家单位的近50名代表参加会议。编制组成员代表墨淑敏对试验情况及各单位验证情况进行了汇报，并就《征求意见稿》进行意见征询。与会专家热烈讨论并提出宝贵意见，主要有以下几个方面：

1）第2章“规范性引用文件”两个文件的先后顺序按标准号大小排列；

2）第4章“方法提要”改为“原理”；

3）第6章中改为“质量分辨率不大于0.8 u”，修改依据为JJF 1159-2006《[四极杆电感耦合等离子体质谱仪校准规范](http://www.baidu.com/link?url=QIwST8j823b91CKAaOhCSkPb4q95dRwkhBw1A2hqmt9J6VoLtHVD0ujRBsq2n0OwkUHm1QOsfHpF-kdEgC4QQq" \t "_blank)》 ；

4）增加“样品”一章。

会议结束之后，标准编制小组根据讨论结果，对征求意见稿进行修改完善，形成了YS/T 568.12《氧化锆、氧化铪化学分析方法 第12部分：氧化锆中硼、钠、镁、铝、硅、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、钼、镉、铪、铅、铋含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》（预审稿）。

（2）第二次工作会议

征求意见阶段发函单位数共计XXX个，收到回函的单位数XXX个，回函并有建议或意见的单位数XXX个，详见《意见汇总处理表》。征求意见范围广泛且具代表性，编制组对《预审稿》进一步修改完善，于2021年XX月形成了《高氧化锆、氧化铪化学分析方法 第12部分：氧化锆中硼、钠、镁、铝、硅、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、钼、镉、铪、铅、铋含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》（送审稿）。

3.4 审定阶段

3.5 报批阶段

二、标准编制原则

本标准起草过程中遵循以下原则：

（一）规范性原则：本标准是根据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》的要求进行编写的；并按照GB/T 6379.2-2004《测量方法与结果的准确度》进行数理统计分析。

（二）先进性：修订后的标准采用电感耦合等离子体质谱法同时测定氧化锆中20种杂质元素，方法快速、准确；体现了检测技术的进步；同时，本标准在国内外均为首次制定，具有前瞻性和引领性。

（三）适用性：本标准以满足我国氧化锆产品实际检测需求为原则，宜于应用，能够满足企业需求，对锆铪生产企业的技术进步产生积极的促进作用。

（四）合规性：充分考虑国家法律、安全、卫生、环保法规的要求。

三、标准主要内容的确定依据

本标准为首次制定标准，因此在标准的制定过程中主要对以下几个方面进行了确认：

1. 元素种类及测定范围

本方法中元素种类的主要确定依据为产品标准 YS/T 402-2016《二氧化锆》，按照产品标准硼、钠、镁、铝、硅、钙、钛、镉、铪、锰、铁、钴、镍等元素需要测定，同时结合日常客户的检测需要，增加钒、铬、铜、锌、钼、铅、铋含量的测定。因此，本方法包括对氧化锆中20种杂质元素的测定。

元素的测定范围主要根据YS/T 402-2016《二氧化锆》产品标准以及电感耦合等离子体质谱的适用范围。产品标准中Cd、B等要求不大于0.001%。因此元素的测定范围为：硼、钠、硅、钙测定范围0.0010 %～0.010 %，镁、铝、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、钼、镉、铪、铅、铋测定范围0.0001%～0.010%。同时，通过计算方法检出限表明方法能够满足上述范围元素测定的需要。当元素含量更高时，可采用 YS/T 568 其它部分进行测定。

2、测定方法

YS/T 568-2008《氧化锆、氧化铪化学分析方法》已颁布11部分，其方法涉及分光光度法、火焰原子吸收法、电感耦合等离子体发射光谱法等。上述方法一方面所涉及元素方法检出限较高，主要适用于ZrO2-01、ZrO2-02纯度较差的产品，另一方面元素种类较少，覆盖面不全，缺少B、Cd、Co等元素的检测方法。在这种情况下，拟采用电感耦合等离子体质谱法对氧化锆中痕量杂质元素进行分析，该方法具备多元素同时检测且方法检出限低等优势，是对YS/T 568-2008标准系列是完善和提升。

3、样品溶解方法

氧化锆样品常温常压下难以溶解，因此方法采用微波消解辅助溶解。ICP-MS方法称样量为0.10g，实验发现，加入2mL硝酸和2mL氢氟酸，用Mars6微波消解仪（CEM公司），按照表2所示的温控程序，样品能够溶解完全。鉴于各种微波消解仪的控制原理不同，标准不具体给出消解的升温程序。

表2微波消解程序

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 步骤 | 功率/W | 升温时间/ min | 温度 /℃ | 保温时间 /min |
| 1 | 1200 | 10 | 120 | 10 |
| 2 | 1200 | 10 | 190 | 50 |

4、同位素的确定

被测元素同位素质量数选择依据为丰度高且无干扰。研究发现，存在质谱干扰的元素主要有Cd、Ti、Fe、Ca等。其中Cd是受到ZrO+干扰；Ti受到Zr2+双电荷干扰；56Fe、40Ca受到40Ar16O、40Ar的干扰，需要采用碰撞反应池技术。在充分考察不同厂家、不同型号ICP-MS设备的基础上，推荐各元素质量数选择如表3所示。

表3 各元素推荐测定同位素的质量数

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 同位素质量数 | 元素 | 同位素质量数 |
| B | 11 | Fe | 56 |
| Na | 23 | Co | 59 |
| Mg | 24 | Ni | 60 |
| Al | 27 | Cu | 63 |
| Si | 28 | Zn | 64 / 66 |
| Ca | 40 / 44 | Mo | 98 |
| Ti | 49 | Cd | 113 / 114/ 116 |
| V | 51 | Hf | 178 |
| Cr | 52 | Pb | 208 |
| Mn | 55 | Bi | 209 |

5、标准溶液配制方法确定依据

标准溶液的配制方法主要考虑基体效应。试验发现，随着基体浓度的增加，待测元素的信号呈下降趋势，基体对信号有抑制作用。ICP-MS方法中通常采用标准溶液基体匹配法或内标校正法消除基体效应和仪器波动对测定的影响。由于基体匹配所需高纯物质的获得经常受限，内标校正法在ICP-MS测试中更为常见。

研究发现，以Cs为内标20ng/mL的杂质元素回收率在95%~105%范围内，这表明内标法能够校正基体效应及仪器波动对测定的影响，内标法结果的准确度能够满足0.0001%~0.010%范围数据的测定需求。

表4 Cs内标各元素回收情况

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 测定值/ng/mL | 回收率/% | 元素 | 测定值/ng/mL | 回收率/% |
| B | 20.3 | 101.5 | Fe | 20.4 | 101.5 |
| Na | 20.0 | 100.0 | Co | 21.6 | 100.0 |
| Mg | 19.7 | 98.5 | Ni | 20.8 | 98.5 |
| Al | 19.6 | 98.0 | Cu | 20.2 | 98.0 |
| Si | 21.1 | 105.5 | Zn | 19.8 | 105.5 |
| Ca | 20.5 | 102.5 | Mo | 20.5 | 102.5 |
| Ti | 20.1 | 100.5 | Cd | 20.1 | 100.5 |
| V | 20.4 | 102.0 | Hf | 19.6 | 102.0 |
| Cr | 19.4 | 97.0 | Pb | 19.9 | 97.0 |
| Mn | 20.5 | 102.5 | Bi | 20.1 | 102.5 |

6、精密度数据的确定

精密度数据是在2020年由6家试验室对不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的杂质含量均独立测定7次。测量的原始数据见附录A。

在对原始测定数据进行柯克伦检验及格拉布斯检验，剔除离群值后，进行精密度数据计算，从而确定重复性限和再现性限。各杂质元素统计分析后结果可接受的实验室个数、可接受的数据个数、平均值、及重复性标准差、再现性标准差、重复性限、再现性限见表5~表8。根据表5~表8对重复性限和再现性限进行综合评定，确定方法的重复性限和再现性限，分别见表9、表10。

表5 水平1统计结果表

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 结果可接受的  实验室个数 | 可接受的数据  个数 | 平均值  /% | 重复性标准差  *Sr* | 再现性标准差  *SR* | 重复性限  *r* | 再现性限  *R* |
| B | 6 | 42 | 0.00066 | 0.00005 | 0.00007 | 0.00014 | 0.00018 |
| Na | 6 | 42 | 0.00058 | 0.00005 | 0.00010 | 0.00015 | 0.00028 |
| Mg | 5 | 35 | 0.00015 | 0.00001 | 0.00002 | 0.00003 | 0.00005 |
| Ca | 6 | 42 | 0.00109 | 0.00007 | 0.00010 | 0.00019 | 0.00027 |
| Ti | 5 | 35 | 0.00024 | 0.00003 | 0.00005 | 0.00008 | 0.00015 |
| V | 6 | 42 | 0.00010 | 0.00001 | 0.00001 | 0.00002 | 0.00003 |
| Fe | 6 | 42 | 0.00039 | 0.00003 | 0.00008 | 0.00008 | 0.00023 |
| Cu | 6 | 42 | 0.00019 | 0.00002 | 0.00004 | 0.00006 | 0.00012 |
| Mo | 6 | 42 | 0.00012 | 0.00001 | 0.00001 | 0.00002 | 0.00003 |
| Hf | 6 | 42 | 0.00033 | 0.00002 | 0.00004 | 0.00006 | 0.00010 |

表6 水平2统计结果表

| 元素 | 结果可接受的  实验室个数 | 可接受的数据  个数 | 平均值  /% | 重复性标准差  *Sr* | 再现性标准差  *SR* | 重复性限  *r* | 再现性限  *R* |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| B | 6 | 42 | 0.00151 | 0.00006 | 0.00007 | 0.00018 | 0.00021 |
| Na | 6 | 42 | 0.00215 | 0.00007 | 0.00009 | 0.00020 | 0.00026 |
| Mg | 6 | 42 | 0.00160 | 0.00004 | 0.00006 | 0.00011 | 0.00017 |
| Al | 6 | 42 | 0.00155 | 0.00005 | 0.00005 | 0.00013 | 0.00015 |
| Si | 5 | 35 | 0.00234 | 0.00009 | 0.00010 | 0.00024 | 0.00028 |
| Ca | 5 | 35 | 0.00256 | 0.00011 | 0.00013 | 0.00030 | 0.00037 |
| Ti | 5 | 35 | 0.00187 | 0.00007 | 0.00017 | 0.00016 | 0.00020 |
| V | 6 | 42 | 0.00149 | 0.00005 | 0.00006 | 0.00014 | 0.00016 |
| Cr | 6 | 42 | 0.00151 | 0.00006 | 0.00008 | 0.00017 | 0.00022 |
| Mn | 6 | 42 | 0.00152 | 0.00006 | 0.00006 | 0.00016 | 0.00017 |
| Fe | 6 | 42 | 0.00199 | 0.00006 | 0.00008 | 0.00018 | 0.00023 |
| Co | 6 | 42 | 0.00152 | 0.00008 | 0.00010 | 0.00024 | 0.00028 |
| Ni | 6 | 42 | 0.00150 | 0.00006 | 0.00006 | 0.00017 | 0.00017 |
| Cu | 6 | 42 | 0.00160 | 0.00005 | 0.00008 | 0.00013 | 0.00022 |
| Zn | 6 | 42 | 0.00153 | 0.00005 | 0.00006 | 0.00015 | 0.00017 |
| Mo | 6 | 42 | 0.00151 | 0.00005 | 0.00006 | 0.00014 | 0.00016 |
| Cd | 6 | 42 | 0.00155 | 0.00006 | 0.00011 | 0.00017 | 0.00032 |
| Hf | 6 | 42 | 0.00202 | 0.00008 | 0.00012 | 0.00022 | 0.00034 |
| Pb | 6 | 42 | 0.00152 | 0.00005 | 0.00008 | 0.00013 | 0.00022 |
| Bi | 6 | 42 | 0.00150 | 0.00005 | 0.00006 | 0.00016 | 0.00018 |

表7 水平3统计结果表

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 结果可接受的  实验室个数 | 可接受的数据  个数 | 平均值  /% | 重复性标准差  *Sr* | 再现性标准差  *SR* | 重复性限  *r* | 再现性限  *R* |
| B | 6 | 42 | 0.00405 | 0.00010 | 0.00020 | 0.00029 | 0.00058 |
| Na | 5 | 35 | 0.00449 | 0.00011 | 0.00020 | 0.00031 | 0.00057 |
| Mg | 6 | 42 | 0.00410 | 0.00011 | 0.00020 | 0.00030 | 0.00056 |
| Al | 5 | 35 | 0.00391 | 0.00008 | 0.00010 | 0.00023 | 0.00029 |
| Si | 5 | 35 | 0.00472 | 0.00011 | 0.00016 | 0.00030 | 0.00045 |
| Ca | 5 | 35 | 0.00500 | 0.00013 | 0.00022 | 0.00037 | 0.00062 |
| Ti | 5 | 35 | 0.00420 | 0.00008 | 0.00009 | 0.00023 | 0.00027 |
| V | 6 | 42 | 0.00386 | 0.00008 | 0.00013 | 0.00022 | 0.00037 |
| Cr | 6 | 42 | 0.00399 | 0.00009 | 0.00012 | 0.00025 | 0.00034 |
| Mn | 5 | 35 | 0.00397 | 0.00010 | 0.00011 | 0.00029 | 0.00031 |
| Fe | 5 | 35 | 0.00424 | 0.00009 | 0.00019 | 0.00025 | 0.00055 |
| Co | 6 | 42 | 0.00394 | 0.00008 | 0.00014 | 0.00023 | 0.00040 |
| Ni | 6 | 42 | 0.00399 | 0.00009 | 0.00012 | 0.00027 | 0.00034 |
| Cu | 6 | 42 | 0.00396 | 0.00009 | 0.00020 | 0.00027 | 0.00056 |
| Zn | 6 | 42 | 0.00387 | 0.00011 | 0.00015 | 0.00032 | 0.00041 |
| Mo | 6 | 42 | 0.00394 | 0.00009 | 0.00010 | 0.00025 | 0.00029 |
| Cd | 6 | 42 | 0.00402 | 0.00009 | 0.00011 | 0.00024 | 0.00031 |
| Pb | 6 | 42 | 0.00388 | 0.00007 | 0.00014 | 0.00021 | 0.00039 |
| Bi | 6 | 42 | 0.00406 | 0.00008 | 0.00017 | 0.00023 | 0.00049 |

表8 水平4统计结果表

| 元素 | 结果可接受的  实验室个数 | 可接受的数据  个数 | 平均值  /% | 重复性标准差  *Sr* | 再现性标准差  *SR* | 重复性限  *r* | 再现性限  *R* |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| B | 6 | 42 | 0.00795 | 0.00012 | 0.00032 | 0.00033 | 0.00091 |
| Na | 6 | 42 | 0.00870 | 0.00008 | 0.00012 | 0.00022 | 0.00033 |
| Mg | 6 | 42 | 0.00828 | 0.00008 | 0.00016 | 0.00022 | 0.00046 |
| Al | 5 | 35 | 0.00808 | 0.00012 | 0.00015 | 0.00034 | 0.00041 |
| Si | 6 | 42 | 0.00866 | 0.00018 | 0.00020 | 0.00050 | 0.00056 |
| Ca | 6 | 42 | 0.00911 | 0.00015 | 0.00018 | 0.00042 | 0.00051 |
| Ti | 5 | 35 | 0.00828 | 0.00014 | 0.00017 | 0.00038 | 0.00047 |
| V | 6 | 42 | 0.00797 | 0.00009 | 0.00017 | 0.00025 | 0.00048 |
| Cr | 6 | 42 | 0.00804 | 0.00010 | 0.00011 | 0.00027 | 0.00032 |
| Mn | 5 | 35 | 0.00802 | 0.00010 | 0.00015 | 0.00028 | 0.00042 |
| Fe | 5 | 35 | 0.00830 | 0.00011 | 0.00016 | 0.00031 | 0.00046 |
| Co | 6 | 42 | 0.00791 | 0.00012 | 0.00016 | 0.00035 | 0.00045 |
| Ni | 6 | 42 | 0.00792 | 0.00016 | 0.00027 | 0.00046 | 0.00078 |
| Cu | 5 | 35 | 0.00800 | 0.00009 | 0.00015 | 0.00025 | 0.00043 |
| Zn | 6 | 42 | 0.00790 | 0.00011 | 0.00021 | 0.00030 | 0.00060 |
| Mo | 6 | 42 | 0.00802 | 0.00018 | 0.00025 | 0.00052 | 0.00070 |
| Cd | 6 | 42 | 0.00804 | 0.00010 | 0.00018 | 0.00027 | 0.00052 |
| Hf | 5 | 35 | 0.00703 | 0.00013 | 0.00021 | 0.00036 | 0.00058 |
| Pb | 6 | 42 | 0.00798 | 0.00010 | 0.00015 | 0.00028 | 0.00042 |
| Bi | 6 | 42 | 0.00810 | 0.00011 | 0.00017 | 0.00031 | 0.00047 |

表9 重复性限

|  |  |
| --- | --- |
| 元素质量分数*w*/% | 重复性限（*r*）/% |
| 0.0001 | 0.0001 |
| 0.0010 | 0.0002 |
| 0.0025 | 0.0003 |
| 0.0050 | 0.0004 |
| 0.0080 | 0.0006 |

表10 再现性限

|  |  |
| --- | --- |
| 元素质量分数*w*/% | 再现性限（*R*）/% |
| 0.0001 | 0.0002 |
| 0.0010 | 0.0003 |
| 0.0025 | 0.0004 |
| 0.0050 | 0.0007 |
| 0.0080 | 0.0009 |

四、标准中涉及专利的情况

本标准不涉及专利和知识产权问题。

五、预期达到的社会效益

（一）项目的必要性

氧化锆为白色粉末，导热系数、热膨胀系数、摩擦系数低，化学稳定性高，抗蚀性能优良，大量用于制造耐火材料、研磨材料、陶瓷颜料和锆酸盐等。同时，二氧化锆具有高温氧离子导电性，在汽车工业中使用最多的就是氧化锆式氧传感器。高性能Y2O3等稳定剂稳定的氧化锆热障陶瓷涂层材料，主要应用于高性能涡轮航空发动机。氧化锆已进入《战略性新兴产业分类（2018）》的分类表（代码3.2.9.1），建立材料的评价体系对于提升产品质量、指导产品应用具有重要的意义。

氧化锆产品的主要检测依据为YS/T 568《 氧化锆、氧化铪化学分析方法》，该方法系列共已经推出11部分，主要包括铁、硅、铝、钠、钛、磷的分光光度法以及ICP-AES测定氧化锆中铝、钙、镁、锰、钠、镍、铁、钛、锌、钼、钒、铪量。上述方法杂质元素的检出限较高，不能满足高纯度氧化锆产品测定的需要。另一方面，二氧化锆产品标准YS/T 402-1994在修订为YS/T 402-2016《二氧化锆》时增加了B、Cd、Co的要求，要求：B≤0.001%； Cd≤0.001%；Co≤0.01%；但目前尚无相应的方法标准支持。因此，建立YS/T 568.12《氧化锆、氧化铪化学分析方法 氧化锆中硼、钠、镁、铝、硅、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、钼、镉、铪、铅、铋含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》具有重要意义。

（二）项目的可行性

随着科学技术的进步，电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）在分析检测行业占有举足轻重的地位。方法多元素同时检测，能够大大缩短检测时间，节省人力、物力；方法能够提供更低的检出限，适用于痕量杂质元素的定量分析其结果更加准确。

采用ICP-MS测定高纯金属或氧化物中痕量金属杂质在技术上是可行的，可检索到相关标准。例如， YS/T 902-2013《高纯铼及铼酸铵化学分析方法》、GB/T 32650-2016《电感耦合等离子质谱法检测石英砂中痕量元素》、GB/T 39145-2020《硅片表面金属元素含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》等。

随着技术的进步，国标（北京）检验认证有限公司已将ICP-MS应用于氧化锆中痕量杂质元素的测定，由于没有相关的国家标准或行业标准而局限于企业内部使用。本项目将完成方法的标准化，同时通过方法比对、多家验证单位进行验证试验等充分验证方法的可靠性，也为方法日后推广打下基础。

（三）标准预期的作用和效益

20世纪20年代氧化锆即被用于耐火材料领域，直到上世纪70年代中期以来，欧美日先进国家竞相投入巨资研发氧化锆生产技术和氧化锆系列产品，进一步将氧化锆的应用推广到结构材料和功能材料，同时氧化锆也是国家产业政策中鼓励重点发展的高性能材料之一。我国历来对发展新型陶瓷材料高度重视，并取得了许多重大成果。目前杭州万景新材料有限公司、有研科技集团有限公司等已经能够生产高纯氧化锆超细粉体，并出口海外。今后氧化锆将朝着超细、高纯方面发展，产品制造方面将朝着新功能、新领域方向发展，不断扩大其应用领域。

根据YS/T 402-2016《二氧化锆》产品标准要求，杂质元素含量是确定氧化锆产品牌号、等级的重要参数之一。本标准属于分析方法标准，服务于产品标准，能够满足氧化锆尤其较高纯度氧化锆的检测需求。本部分是对YS/T 568《氧化锆、氧化铪化学分析方法》系列的补充完善，增加了元素种类，扩大了检测范围，提高了其适用性。

氧化锆产业的快速发展离不开分析技术的支持，高纯氧化锆分析检测标准的制定将带动产品质量提升，更好的推动锆产业的发展，为生产企业带来可观的经济效益。同时，本标准的颁布实施能够推动氧化锆检测的标准化，提高数据的准确度和一致性。

六、采用国际标准和国外先进标准的情况

本文件为我国首次制定。经查，本文件与国内外现行标准及制定中的标准无重复交叉情况。本标准未采用（包括等同采用、修改采用及非等效采用）国际标准或国外先进标准。

七、与现行法律、法规、强制性国家标准及相关标准的关系

本标准属于氧化锆化学分析方法标准，领域内没有强制性国家标准。本标准与现行法律、法规和相关标准相协调、无冲突。

八、重大分歧意见的处理和依据

无重大分歧。

九、标准作为强制性或推荐性国家（或行业）标准的建议

建议本标准为推荐性行业标准。

十、贯彻标准的要求和措施建议

本标准涉及氧化锆中微痕量杂质元素的同时测定，采用的设备为电感耦合等离子体质谱仪。该设备目前在各高校院所、企事业单位均具有较高的市场占有率。建议氧化锆产品的生产单位及各大检测机构积极组织本标准的学习与宣贯，并向企业、公司和科研院校（所）推荐本标准。标准使用过程中出现疑问，标准的起草单位有义务进行必要的解释，可通过网络会议、讲座等形式进行标准内容的讲解。建议标准发布6个月后实施。同时，标准要与时俱进，标准颁布实施后要定期进行复审，必要时启动修订程序。

十一、废止现行有关标准的建议

本标准为首次制定，不涉及相关标准的废止。

十二、其它应予说明的事项

无。

**附件A：**各实验室原始数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 水平数 | 实验室 | B 的质量分数/%，（n=7） | | | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 1 | 国合 | 0.00073 | 0.00064 | 0.00063 | 0.00059 | 0.00067 | 0.00063 | 0.00068 |
| 锆铪中心 | 0.00061 | 0.00058 | 0.00055 | 0.00059 | 0.00054 | 0.00064 | 0.00060 |
| 西部新锆 | 0.00067 | 0.00072 | 0.00064 | 0.00063 | 0.00070 | 0.00068 | 0.00074 |
| 青岛 | 0.00072 | 0.00072 | 0.00072 | 0.00068 | 0.00060 | 0.00064 | 0.00062 |
| 亿金 | 0.00078 | 0.00069 | 0.00075 | 0.00073 | 0.00065 | 0.00077 | 0.00071 |
| 广东 | 0.00059 | 0.00058 | 0.00059 | 0.00058 | 0.00076 | 0.00066 | 0.00066 |
| 2 | 国合 | 0.00153 | 0.00143 | 0.00145 | 0.00165 | 0.00141 | 0.00156 | 0.00147 |
| 锆铪中心 | 0.00159 | 0.00156 | 0.00150 | 0.00160 | 0.00156 | 0.00158 | 0.00154 |
| 西部新锆 | 0.00161 | 0.00153 | 0.00149 | 0.00143 | 0.00167 | 0.00162 | 0.00153 |
| 青岛 | 0.00140 | 0.00140 | 0.00147 | 0.00144 | 0.00145 | 0.00143 | 0.00145 |
| 亿金 | 0.00159 | 0.00147 | 0.00149 | 0.00161 | 0.00141 | 0.00143 | 0.00155 |
| 广东 | 0.00151 | 0.00151 | 0.00159 | 0.00158 | 0.00147 | 0.00151 | 0.00151 |
| 3 | 国合 | 0.00420 | 0.00396 | 0.00393 | 0.00387 | 0.00384 | 0.00394 | 0.00401 |
| 锆铪中心 | 0.00456 | 0.00436 | 0.00440 | 0.00422 | 0.00428 | 0.00434 | 0.00424 |
| 西部新锆 | 0.00418 | 0.00415 | 0.00386 | 0.00393 | 0.00407 | 0.00394 | 0.00389 |
| 青岛 | 0.00378 | 0.00371 | 0.00379 | 0.00384 | 0.00383 | 0.00388 | 0.00380 |
| 亿金 | 0.00399 | 0.00413 | 0.00421 | 0.00409 | 0.00415 | 0.00419 | 0.00426 |
| 广东 | 0.00413 | 0.00409 | 0.00402 | 0.00405 | 0.00403 | 0.00399 | 0.00387 |
| 4 | 国合 | 0.00775 | 0.00764 | 0.00781 | 0.00769 | 0.00780 | 0.00799 | 0.00806 |
| 锆铪中心 | 0.00837 | 0.00840 | 0.00850 | 0.00848 | 0.00845 | 0.00854 | 0.00853 |
| 西部新锆 | 0.00751 | 0.00749 | 0.00771 | 0.00763 | 0.00758 | 0.00761 | 0.00752 |
| 青岛 | 0.00797 | 0.00784 | 0.00798 | 0.00799 | 0.00794 | 0.00810 | 0.00777 |
| 亿金 | 0.00793 | 0.00765 | 0.00799 | 0.00767 | 0.00783 | 0.00789 | 0.00763 |
| 广东 | 0.00816 | 0.00828 | 0.00807 | 0.00798 | 0.00801 | 0.00803 | 0.00797 |

| 水平数 | 实验室 | Na 的质量分数/%，（n=7） | | | | | | |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 1 | 国合 | 0.00063 | 0.00058 | 0.00061 | 0.00049 | 0.00049 | 0.00054 | 0.00056 |
| 锆铪中心 | 0.00061 | 0.00061 | 0.00063 | 0.00060 | 0.00061 | 0.00064 | 0.00068 |
| 西部新锆 | 0.00049 | 0.00045 | 0.00052 | 0.00059 | 0.00055 | 0.00046 | 0.00051 |
| 青岛 | 0.00057 | 0.00058 | 0.00048 | 0.00048 | 0.00046 | 0.00050 | 0.00050 |
| 亿金 | 0.00061 | 0.00055 | 0.00055 | 0.00047 | 0.00069 | 0.00049 | 0.00052 |
| 广东 | 0.00073 | 0.00076 | 0.00066 | 0.00068 | 0.00079 | 0.00078 | 0.00076 |
| 2 | 国合 | 0.00208 | 0.00213 | 0.00210 | 0.00220 | 0.00211 | 0.00213 | 0.00210 |
| 锆铪中心 | 0.00211 | 0.00211 | 0.00213 | 0.00210 | 0.00211 | 0.00214 | 0.00208 |
| 西部新锆 | 0.00225 | 0.00231 | 0.00228 | 0.00212 | 0.00218 | 0.00222 | 0.00219 |
| 青岛 | 0.00213 | 0.00206 | 0.00210 | 0.00205 | 0.00204 | 0.00211 | 0.00196 |
| 亿金 | 0.00221 | 0.00202 | 0.00229 | 0.00207 | 0.00215 | 0.00219 | 0.00226 |
| 广东 | 0.00223 | 0.00226 | 0.00213 | 0.00236 | 0.00213 | 0.00236 | 0.00214 |
| 3 | 国合 | 0.00461 | 0.00436 | 0.00433 | 0.00455 | 0.00425 | 0.00445 | 0.00452 |
| 锆铪中心 | 0.00396 | 0.00432 | 0.00424 | 0.00395 | 0.00390 | 0.00392 | 0.00398 |
| 西部新锆 | 0.00431 | 0.00444 | 0.00421 | 0.00419 | 0.00428 | 0.00437 | 0.00425 |
| 青岛 | 0.00449 | 0.00451 | 0.00444 | 0.00436 | 0.00449 | 0.00439 | 0.00455 |
| 亿金 | 0.00469 | 0.00423 | 0.00465 | 0.00435 | 0.00449 | 0.00459 | 0.00439 |
| 广东 | 0.00475 | 0.00486 | 0.00469 | 0.00473 | 0.00479 | 0.00478 | 0.00477 |
| 4 | 国合 | 0.00853 | 0.00854 | 0.00863 | 0.00856 | 0.00861 | 0.00861 | 0.00864 |
| 锆铪中心 | 0.00871 | 0.00865 | 0.00879 | 0.00882 | 0.00876 | 0.00893 | 0.00875 |
| 西部新锆 | 0.00873 | 0.00881 | 0.00873 | 0.00862 | 0.00859 | 0.00867 | 0.00871 |
| 青岛 | 0.00880 | 0.00877 | 0.00883 | 0.00868 | 0.00892 | 0.00880 | 0.00894 |
| 亿金 | 0.00866 | 0.00851 | 0.00873 | 0.00859 | 0.00853 | 0.00865 | 0.00856 |
| 广东 | 0.00863 | 0.00877 | 0.00866 | 0.00865 | 0.00864 | 0.00873 | 0.00886 |

| 水平数 | 实验室 | Mg 的质量分数/%，（n=7） | | | | | | |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 1 | 国合 | 0.00015 | 0.00016 | 0.00016 | 0.00013 | 0.00014 | 0.00014 | 0.00015 |
| 锆铪中心 | 0.00034 | 0.00033 | 0.00037 | 0.00039 | 0.00036 | 0.00039 | 0.00037 |
| 西部新锆 | 0.00017 | 0.00015 | 0.00014 | 0.00018 | 0.00016 | 0.00015 | 0.00016 |
| 青岛 | 0.00013 | 0.00014 | 0.00013 | 0.00013 | 0.00014 | 0.00014 | 0.00014 |
| 亿金 | 0.00014 | 0.00010 | 0.00012 | 0.00013 | 0.00014 | 0.00011 | 0.00012 |
| 广东 | 0.00016 | 0.00017 | 0.00016 | 0.00017 | 0.00015 | 0.00016 | 0.00016 |
| 2 | 国合 | 0.00162 | 0.00169 | 0.00160 | 0.00155 | 0.00160 | 0.00163 | 0.00164 |
| 锆铪中心 | 0.00161 | 0.00157 | 0.00160 | 0.00160 | 0.00156 | 0.00153 | 0.00155 |
| 西部新锆 | 0.00152 | 0.00151 | 0.00158 | 0.00153 | 0.00156 | 0.00149 | 0.00161 |
| 青岛 | 0.00157 | 0.00155 | 0.00158 | 0.00155 | 0.00156 | 0.00156 | 0.00151 |
| 亿金 | 0.00171 | 0.00159 | 0.00163 | 0.00167 | 0.00170 | 0.00165 | 0.00168 |
| 广东 | 0.00162 | 0.00163 | 0.00165 | 0.00159 | 0.00158 | 0.00167 | 0.00169 |
| 3 | 国合 | 0.00412 | 0.00399 | 0.00391 | 0.00390 | 0.00393 | 0.00391 | 0.00422 |
| 锆铪中心 | 0.00403 | 0.00459 | 0.00446 | 0.00436 | 0.00432 | 0.00433 | 0.00436 |
| 西部新锆 | 0.00428 | 0.00396 | 0.00412 | 0.00417 | 0.00407 | 0.00409 | 0.00414 |
| 青岛 | 0.00388 | 0.00382 | 0.00387 | 0.00390 | 0.00383 | 0.00380 | 0.00383 |
| 亿金 | 0.00423 | 0.00396 | 0.00415 | 0.00399 | 0.00409 | 0.00421 | 0.00413 |
| 广东 | 0.00413 | 0.00416 | 0.00415 | 0.00423 | 0.00423 | 0.00419 | 0.00419 |
| 4 | 国合 | 0.00833 | 0.00827 | 0.00832 | 0.00806 | 0.00834 | 0.00821 | 0.00819 |
| 锆铪中心 | 0.00850 | 0.00845 | 0.00861 | 0.00855 | 0.00856 | 0.00863 | 0.00854 |
| 西部新锆 | 0.00837 | 0.00824 | 0.00827 | 0.00839 | 0.00846 | 0.00841 | 0.00823 |
| 青岛 | 0.00818 | 0.00813 | 0.00808 | 0.00811 | 0.00823 | 0.00811 | 0.00818 |
| 亿金 | 0.00835 | 0.00818 | 0.00829 | 0.00812 | 0.00831 | 0.00819 | 0.00823 |
| 广东 | 0.00816 | 0.00819 | 0.00815 | 0.00817 | 0.00823 | 0.00832 | 0.00811 |

| 水平数 | 实验室 | Al 的质量分数/%，（n=7） | | | | | | |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 1 | 国合 | 0.00153 | 0.00149 | 0.00159 | 0.00147 | 0.00154 | 0.00159 | 0.00150 |
| 锆铪中心 | 0.00161 | 0.00161 | 0.00162 | 0.00162 | 0.00157 | 0.00152 | 0.00157 |
| 西部新锆 | 0.00164 | 0.00158 | 0.00163 | 0.00156 | 0.00151 | 0.00166 | 0.00152 |
| 青岛 | 0.00156 | 0.00154 | 0.00157 | 0.00155 | 0.00155 | 0.00155 | 0.00149 |
| 亿金 | 0.00161 | 0.00153 | 0.00159 | 0.00155 | 0.00143 | 0.00160 | 0.00149 |
| 广东 | 0.00151 | 0.00153 | 0.00148 | 0.00155 | 0.00156 | 0.00151 | 0.00151 |
| 2 | 国合 | 0.00390 | 0.00395 | 0.00397 | 0.00371 | 0.00394 | 0.00398 | 0.00395 |
| 锆铪中心 | 0.00411 | 0.00367 | 0.00356 | 0.00346 | 0.00347 | 0.00351 | 0.00344 |
| 西部新锆 | 0.00412 | 0.00385 | 0.00398 | 0.00406 | 0.00391 | 0.00388 | 0.00403 |
| 青岛 | 0.00391 | 0.00384 | 0.00390 | 0.00392 | 0.00386 | 0.00383 | 0.00385 |
| 亿金 | 0.00391 | 0.00387 | 0.00383 | 0.00376 | 0.00395 | 0.00379 | 0.00365 |
| 广东 | 0.00401 | 0.00389 | 0.00397 | 0.00403 | 0.00398 | 0.00399 | 0.00403 |
| 3 | 国合 | 0.00819 | 0.00805 | 0.00789 | 0.00819 | 0.00825 | 0.00784 | 0.00826 |
| 锆铪中心 | 0.00804 | 0.00804 | 0.00813 | 0.00802 | 0.00801 | 0.00809 | 0.00803 |
| 西部新锆 | 0.00804 | 0.00816 | 0.00775 | 0.00788 | 0.00811 | 0.00794 | 0.00819 |
| 青岛 | 0.00829 | 0.00826 | 0.00822 | 0.00821 | 0.00835 | 0.00817 | 0.00835 |
| 亿金 | 0.00823 | 0.00798 | 0.00819 | 0.00788 | 0.00813 | 0.00820 | 0.00796 |
| 广东 | 0.00803 | 0.00798 | 0.00788 | 0.00803 | 0.00806 | 0.00802 | 0.00801 |

| 水平数 | 实验室 | Si 的质量分数/%，（n=7） | | | | | | |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 1 | 国合 | 0.00072 | 0.00071 | 0.00070 | 0.00065 | 0.00058 | 0.00062 | 0.00078 |
| 锆铪中心 | 0.00041 | 0.00041 | 0.00041 | 0.00040 | 0.00045 | 0.00040 | 0.00050 |
| 西部新锆 | 0.00084 | 0.00063 | 0.00076 | 0.00073 | 0.00081 | 0.00069 | 0.00074 |
| 青岛 | 0.00082 | 0.00068 | 0.00072 | 0.00065 | 0.00068 | 0.00083 | 0.00072 |
| 亿金 | 0.00069 | 0.00061 | 0.00073 | 0.00065 | 0.00063 | 0.00079 | 0.00059 |
| 广东 | 0.00082 | 0.00079 | 0.00068 | 0.00078 | 0.00076 | 0.00079 | 0.00071 |
| 2 | 国合 | 0.00224 | 0.00233 | 0.00232 | 0.00246 | 0.00234 | 0.00230 | 0.00234 |
| 锆铪中心 | 0.00283 | 0.00283 | 0.00252 | 0.00287 | 0.00222 | 0.00260 | 0.00241 |
| 西部新锆 | 0.00218 | 0.00234 | 0.00221 | 0.00224 | 0.00214 | 0.00232 | 0.00226 |
| 青岛 | 0.00234 | 0.00213 | 0.00249 | 0.00236 | 0.00234 | 0.00248 | 0.00237 |
| 亿金 | 0.00235 | 0.00246 | 0.00241 | 0.00239 | 0.00250 | 0.00236 | 0.00239 |
| 广东 | 0.00232 | 0.00235 | 0.00236 | 0.00223 | 0.00254 | 0.00235 | 0.00244 |
| 3 | 国合 | 0.00454 | 0.00452 | 0.00462 | 0.00432 | 0.00482 | 0.00457 | 0.00463 |
| 锆铪中心 | 0.00480 | 0.00480 | 0.00457 | 0.00435 | 0.00418 | 0.00411 | 0.00422 |
| 西部新锆 | 0.00473 | 0.00469 | 0.00458 | 0.00465 | 0.00467 | 0.00461 | 0.00458 |
| 青岛 | 0.00474 | 0.00489 | 0.00494 | 0.00462 | 0.00482 | 0.00467 | 0.00461 |
| 亿金 | 0.00479 | 0.00459 | 0.00483 | 0.00466 | 0.00464 | 0.00475 | 0.00476 |
| 广东 | 0.00483 | 0.00492 | 0.00486 | 0.00499 | 0.00497 | 0.00487 | 0.00496 |
| 4 | 国合 | 0.00899 | 0.00874 | 0.00878 | 0.00872 | 0.00873 | 0.00861 | 0.00872 |
| 锆铪中心 | 0.00843 | 0.00843 | 0.00891 | 0.00830 | 0.00829 | 0.00856 | 0.00874 |
| 西部新锆 | 0.00875 | 0.00853 | 0.00867 | 0.00864 | 0.00859 | 0.00855 | 0.00878 |
| 青岛 | 0.00845 | 0.00839 | 0.00879 | 0.00863 | 0.00841 | 0.00849 | 0.00871 |
| 亿金 | 0.00889 | 0.00869 | 0.00891 | 0.00866 | 0.00883 | 0.00875 | 0.00883 |
| 广东 | 0.00891 | 0.00811 | 0.00886 | 0.00891 | 0.00866 | 0.00861 | 0.00878 |

| 水平数 | 实验室 | Ca 的质量分数/%，（n=7） | | | | | | |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 1 | 国合 | 0.00108 | 0.00103 | 0.00110 | 0.00107 | 0.00100 | 0.00106 | 0.00115 |
| 锆铪中心 | 0.00100 | 0.00119 | 0.00125 | 0.00122 | 0.00137 | 0.00123 | 0.00123 |
| 西部新锆 | 0.00109 | 0.00116 | 0.00111 | 0.00106 | 0.00114 | 0.00108 | 0.00100 |
| 青岛 | 0.00102 | 0.00105 | 0.00106 | 0.00113 | 0.00117 | 0.00111 | 0.00112 |
| 亿金 | 0.00091 | 0.00103 | 0.00098 | 0.00096 | 0.00105 | 0.00096 | 0.00103 |
| 广东 | 0.00116 | 0.00115 | 0.00117 | 0.00106 | 0.00118 | 0.00103 | 0.00102 |
| 2 | 国合 | 0.00250 | 0.00253 | 0.00262 | 0.00242 | 0.00266 | 0.00240 | 0.00269 |
| 锆铪中心 | 0.00207 | 0.00259 | 0.00276 | 0.00255 | 0.00236 | 0.00285 | 0.00242 |
| 西部新锆 | 0.00238 | 0.00259 | 0.00247 | 0.00232 | 0.00249 | 0.00262 | 0.00248 |
| 青岛 | 0.00256 | 0.00265 | 0.00274 | 0.00252 | 0.00250 | 0.00256 | 0.00243 |
| 亿金 | 0.00263 | 0.00249 | 0.00236 | 0.00255 | 0.00253 | 0.00231 | 0.00261 |
| 广东 | 0.00262 | 0.00269 | 0.00268 | 0.00272 | 0.00263 | 0.00277 | 0.00283 |
| 3 | 国合 | 0.00496 | 0.00489 | 0.00494 | 0.00471 | 0.00504 | 0.00498 | 0.00511 |
| 锆铪中心 | 0.00561 | 0.00504 | 0.00508 | 0.00476 | 0.00455 | 0.00455 | 0.00475 |
| 西部新锆 | 0.00487 | 0.00493 | 0.00518 | 0.00510 | 0.00495 | 0.00513 | 0.00504 |
| 青岛 | 0.00520 | 0.00504 | 0.00514 | 0.00510 | 0.00513 | 0.00503 | 0.00504 |
| 亿金 | 0.00503 | 0.00479 | 0.00449 | 0.00456 | 0.00463 | 0.00497 | 0.00453 |
| 广东 | 0.00513 | 0.00514 | 0.00525 | 0.00523 | 0.00519 | 0.00532 | 0.00511 |
| 4 | 国合 | 0.00911 | 0.00927 | 0.00894 | 0.00921 | 0.00902 | 0.00895 | 0.00932 |
| 锆铪中心 | 0.00912 | 0.00890 | 0.00935 | 0.00919 | 0.00900 | 0.00909 | 0.00924 |
| 西部新锆 | 0.00935 | 0.00914 | 0.00915 | 0.00937 | 0.00944 | 0.00921 | 0.00949 |
| 青岛 | 0.00876 | 0.00917 | 0.00895 | 0.00896 | 0.00904 | 0.00892 | 0.00908 |
| 亿金 | 0.00910 | 0.00929 | 0.00867 | 0.00919 | 0.00911 | 0.00879 | 0.00896 |
| 广东 | 0.00916 | 0.00906 | 0.00913 | 0.00909 | 0.00912 | 0.00914 | 0.00913 |

| 水平数 | 实验室 | Ti 的质量分数/%，（n=7） | | | | | | |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 1 | 国合 | 0.00026 | 0.00024 | 0.00021 | 0.00022 | 0.00023 | 0.00019 | 0.00025 |
| 锆铪中心 | 0.00068 | 0.00069 | 0.00086 | 0.00078 | 0.00071 | 0.00068 | 0.00075 |
| 西部新锆 | 0.00018 | 0.00019 | 0.00021 | 0.00017 | 0.00021 | 0.00024 | 0.00019 |
| 青岛 | 0.00023 | 0.00024 | 0.00028 | 0.00028 | 0.00027 | 0.00025 | 0.00028 |
| 亿金 | 0.00022 | 0.00015 | 0.00016 | 0.00019 | 0.00021 | 0.00016 | 0.00025 |
| 广东 | 0.00029 | 0.00031 | 0.00028 | 0.00031 | 0.00036 | 0.00028 | 0.00029 |
| 2 | 国合 | 0.00188 | 0.00177 | 0.00188 | 0.00177 | 0.00184 | 0.00183 | 0.00171 |
| 锆铪中心 | 0.00219 | 0.00207 | 0.00224 | 0.00235 | 0.00218 | 0.00204 | 0.00222 |
| 西部新锆 | 0.00198 | 0.00184 | 0.00196 | 0.00193 | 0.00187 | 0.00179 | 0.00184 |
| 青岛 | 0.00182 | 0.00182 | 0.00176 | 0.00178 | 0.00182 | 0.00180 | 0.00172 |
| 亿金 | 0.00170 | 0.00185 | 0.00173 | 0.00177 | 0.00182 | 0.00175 | 0.00169 |
| 广东 | 0.00177 | 0.00179 | 0.00182 | 0.00176 | 0.00177 | 0.00179 | 0.00183 |
| 3 | 国合 | 0.00424 | 0.00419 | 0.00411 | 0.00417 | 0.00431 | 0.00418 | 0.00426 |
| 锆铪中心 | 0.00481 | 0.00471 | 0.00424 | 0.00431 | 0.00441 | 0.00433 | 0.00431 |
| 西部新锆 | 0.00407 | 0.00423 | 0.00426 | 0.00418 | 0.00411 | 0.00428 | 0.00408 |
| 青岛 | 0.00419 | 0.00416 | 0.00409 | 0.00422 | 0.00412 | 0.00399 | 0.00414 |
| 亿金 | 0.00435 | 0.00418 | 0.00427 | 0.00429 | 0.00435 | 0.00421 | 0.00431 |
| 广东 | 0.00413 | 0.00423 | 0.00445 | 0.00421 | 0.00423 | 0.00423 | 0.00412 |
| 4 | 国合 | 0.00809 | 0.00831 | 0.00835 | 0.00818 | 0.00835 | 0.00812 | 0.00834 |
| 锆铪中心 | 0.00816 | 0.00830 | 0.00835 | 0.00828 | 0.00808 | 0.00814 | 0.00815 |
| 西部新锆 | 0.00834 | 0.00844 | 0.00831 | 0.00846 | 0.00822 | 0.00836 | 0.00818 |
| 青岛 | 0.00817 | 0.00806 | 0.00813 | 0.00804 | 0.00803 | 0.00818 | 0.00839 |
| 亿金 | 0.00862 | 0.00815 | 0.00825 | 0.00829 | 0.00863 | 0.00855 | 0.00869 |
| 广东 | 0.00836 | 0.00838 | 0.00826 | 0.00806 | 0.00839 | 0.00829 | 0.00836 |

| 水平数 | 实验室 | V 的质量分数/%，（n=7） | | | | | | |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 1 | 国合 | 0.00010 | 0.00010 | 0.00010 | 0.00010 | 0.00010 | 0.00010 | 0.00010 |
| 锆铪中心 | 0.00010 | 0.00011 | 0.00011 | 0.00012 | 0.00013 | 0.00013 | 0.00011 |
| 西部新锆 | 0.00010 | 0.00009 | 0.00010 | 0.00010 | 0.00010 | 0.00009 | 0.00010 |
| 青岛 | 0.00011 | 0.00010 | 0.00011 | 0.00011 | 0.00011 | 0.00010 | 0.00010 |
| 亿金 | 0.00012 | 0.00011 | 0.00010 | 0.00012 | 0.00011 | 0.00011 | 0.00011 |
| 广东 | 0.00009 | 0.00009 | 0.00011 | 0.00011 | 0.00010 | 0.00009 | 0.00008 |
| 2 | 国合 | 0.00151 | 0.00149 | 0.00142 | 0.00153 | 0.00144 | 0.00150 | 0.00157 |
| 锆铪中心 | 0.00141 | 0.00145 | 0.00140 | 0.00147 | 0.00142 | 0.00139 | 0.00139 |
| 西部新锆 | 0.00140 | 0.00155 | 0.00146 | 0.00149 | 0.00156 | 0.00153 | 0.00157 |
| 青岛 | 0.00151 | 0.00149 | 0.00152 | 0.00150 | 0.00149 | 0.00148 | 0.00143 |
| 亿金 | 0.00153 | 0.00145 | 0.00149 | 0.00159 | 0.00141 | 0.00161 | 0.00153 |
| 广东 | 0.00147 | 0.00149 | 0.00153 | 0.00154 | 0.00148 | 0.00147 | 0.00146 |
| 3 | 国合 | 0.00397 | 0.00386 | 0.00382 | 0.00402 | 0.00389 | 0.00387 | 0.00399 |
| 锆铪中心 | 0.00390 | 0.00370 | 0.00380 | 0.00369 | 0.00363 | 0.00369 | 0.00353 |
| 西部新锆 | 0.00385 | 0.00393 | 0.00377 | 0.00391 | 0.00386 | 0.00397 | 0.00386 |
| 青岛 | 0.00382 | 0.00376 | 0.00378 | 0.00383 | 0.00377 | 0.00373 | 0.00372 |
| 亿金 | 0.00401 | 0.00385 | 0.00391 | 0.00387 | 0.00392 | 0.00379 | 0.00399 |
| 广东 | 0.00399 | 0.00398 | 0.00401 | 0.00413 | 0.00398 | 0.00397 | 0.00399 |
| 4 | 国合 | 0.00787 | 0.00807 | 0.00806 | 0.00796 | 0.00784 | 0.00797 | 0.00799 |
| 锆铪中心 | 0.00807 | 0.00821 | 0.00831 | 0.00826 | 0.00816 | 0.00815 | 0.00823 |
| 西部新锆 | 0.00793 | 0.00812 | 0.00798 | 0.00809 | 0.00786 | 0.00813 | 0.00804 |
| 青岛 | 0.00774 | 0.00780 | 0.00769 | 0.00775 | 0.00781 | 0.00766 | 0.00775 |
| 亿金 | 0.00797 | 0.00785 | 0.00812 | 0.00779 | 0.00786 | 0.00796 | 0.00793 |
| 广东 | 0.00794 | 0.00798 | 0.00791 | 0.00801 | 0.00803 | 0.00813 | 0.00789 |

| 水平数 | 实验室 | Cr 的质量分数/%，（n=7） | | | | | | |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 1 | 国合 | 0.00151 | 0.00155 | 0.00154 | 0.00160 | 0.00144 | 0.00154 | 0.00142 |
| 锆铪中心 | 0.00145 | 0.00143 | 0.00140 | 0.00147 | 0.00141 | 0.00137 | 0.00139 |
| 西部新锆 | 0.00153 | 0.00147 | 0.00160 | 0.00142 | 0.00163 | 0.00162 | 0.00154 |
| 青岛 | 0.00163 | 0.00156 | 0.00158 | 0.00160 | 0.00156 | 0.00161 | 0.00153 |
| 亿金 | 0.00159 | 0.00143 | 0.00139 | 0.00157 | 0.00153 | 0.00146 | 0.00155 |
| 广东 | 0.00147 | 0.00151 | 0.00144 | 0.00159 | 0.00147 | 0.00148 | 0.00151 |
| 2 | 国合 | 0.00406 | 0.00395 | 0.00393 | 0.00395 | 0.00400 | 0.00394 | 0.00402 |
| 锆铪中心 | 0.00431 | 0.00413 | 0.00410 | 0.00399 | 0.00400 | 0.00392 | 0.00397 |
| 西部新锆 | 0.00418 | 0.00403 | 0.00396 | 0.00409 | 0.00400 | 0.00394 | 0.00411 |
| 青岛 | 0.00390 | 0.00385 | 0.00376 | 0.00376 | 0.00383 | 0.00379 | 0.00386 |
| 亿金 | 0.00410 | 0.00395 | 0.00409 | 0.00389 | 0.00391 | 0.00403 | 0.00388 |
| 广东 | 0.00411 | 0.00398 | 0.00389 | 0.00413 | 0.00399 | 0.00403 | 0.00411 |
| 3 | 国合 | 0.00814 | 0.00788 | 0.00805 | 0.00781 | 0.00803 | 0.00811 | 0.00819 |
| 锆铪中心 | 0.00790 | 0.00794 | 0.00796 | 0.00790 | 0.00782 | 0.00791 | 0.00798 |
| 西部新锆 | 0.00816 | 0.00793 | 0.00803 | 0.00796 | 0.00811 | 0.00814 | 0.00809 |
| 青岛 | 0.00807 | 0.00808 | 0.00795 | 0.00793 | 0.00817 | 0.00807 | 0.00817 |
| 亿金 | 0.00820 | 0.00797 | 0.00825 | 0.00805 | 0.00813 | 0.00819 | 0.00806 |
| 广东 | 0.00801 | 0.00799 | 0.00803 | 0.00798 | 0.00789 | 0.00811 | 0.00813 |

| 水平数 | 实验室 | Mn 的质量分数/%，（n=7） | | | | | | |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 1 | 国合 | 0.00160 | 0.00160 | 0.00152 | 0.00143 | 0.00145 | 0.00142 | 0.00155 |
| 锆铪中心 | 0.00155 | 0.00157 | 0.00156 | 0.00159 | 0.00153 | 0.00152 | 0.00154 |
| 西部新锆 | 0.00144 | 0.00157 | 0.00147 | 0.00153 | 0.00154 | 0.00136 | 0.00159 |
| 青岛 | 0.00157 | 0.00151 | 0.00152 | 0.00153 | 0.00150 | 0.00146 | 0.00147 |
| 亿金 | 0.00159 | 0.00148 | 0.00163 | 0.00146 | 0.00161 | 0.00157 | 0.00155 |
| 广东 | 0.00151 | 0.00149 | 0.00151 | 0.00147 | 0.00149 | 0.00147 | 0.00149 |
| 2 | 国合 | 0.00391 | 0.00382 | 0.00399 | 0.00382 | 0.00385 | 0.00381 | 0.00410 |
| 锆铪中心 | 0.00434 | 0.00409 | 0.00405 | 0.00401 | 0.00397 | 0.00398 | 0.00399 |
| 西部新锆 | 0.00399 | 0.00384 | 0.00407 | 0.00396 | 0.00410 | 0.00397 | 0.00409 |
| 青岛 | 0.00402 | 0.00396 | 0.00387 | 0.00390 | 0.00398 | 0.00393 | 0.00398 |
| 亿金 | 0.00408 | 0.00379 | 0.00402 | 0.00386 | 0.00395 | 0.00393 | 0.00402 |
| 广东 | 0.00499 | 0.00497 | 0.00488 | 0.00511 | 0.00499 | 0.00521 | 0.00513 |
| 3 | 国合 | 0.00796 | 0.00814 | 0.00819 | 0.00816 | 0.00811 | 0.00793 | 0.00810 |
| 锆铪中心 | 0.00774 | 0.00773 | 0.00787 | 0.00779 | 0.00773 | 0.00786 | 0.00784 |
| 西部新锆 | 0.00816 | 0.00821 | 0.00811 | 0.00796 | 0.00806 | 0.00793 | 0.00819 |
| 青岛 | 0.00815 | 0.00807 | 0.00797 | 0.00798 | 0.00814 | 0.00802 | 0.00810 |
| 亿金 | 0.00813 | 0.00819 | 0.00821 | 0.00793 | 0.00815 | 0.00802 | 0.00811 |
| 广东 | 0.00801 | 0.00811 | 0.00789 | 0.00778 | 0.00788 | 0.00803 | 0.00811 |

| 水平数 | 实验室 | Fe 的质量分数/%，（n=7） | | | | | | |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 1 | 国合 | 0.00035 | 0.00044 | 0.00042 | 0.00039 | 0.00037 | 0.00041 | 0.00040 |
| 锆铪中心 | 0.00025 | 0.00026 | 0.00021 | 0.00024 | 0.00021 | 0.00022 | 0.00026 |
| 西部新锆 | 0.00041 | 0.00043 | 0.00037 | 0.00048 | 0.00038 | 0.00045 | 0.00041 |
| 青岛 | 0.00043 | 0.00046 | 0.00044 | 0.00044 | 0.00043 | 0.00046 | 0.00041 |
| 亿金 | 0.00041 | 0.00037 | 0.00034 | 0.00044 | 0.00038 | 0.00036 | 0.00042 |
| 广东 | 0.00045 | 0.00043 | 0.00041 | 0.00046 | 0.00049 | 0.00045 | 0.00045 |
| 2 | 国合 | 0.00182 | 0.00202 | 0.00187 | 0.00191 | 0.00203 | 0.00193 | 0.00190 |
| 锆铪中心 | 0.00206 | 0.00210 | 0.00211 | 0.00213 | 0.00205 | 0.00201 | 0.00203 |
| 西部新锆 | 0.00197 | 0.00207 | 0.00188 | 0.00191 | 0.00186 | 0.00201 | 0.00203 |
| 青岛 | 0.00202 | 0.00198 | 0.00202 | 0.00211 | 0.00211 | 0.00194 | 0.00200 |
| 亿金 | 0.00191 | 0.00207 | 0.00195 | 0.00202 | 0.00198 | 0.00210 | 0.00193 |
| 广东 | 0.00192 | 0.00193 | 0.00187 | 0.00199 | 0.00196 | 0.00197 | 0.00197 |
| 3 | 国合 | 0.00405 | 0.00399 | 0.00399 | 0.00412 | 0.00397 | 0.00409 | 0.00423 |
| 锆铪中心 | 0.00459 | 0.00418 | 0.00410 | 0.00490 | 0.00474 | 0.00483 | 0.00484 |
| 西部新锆 | 0.00414 | 0.00407 | 0.00416 | 0.00397 | 0.00399 | 0.00423 | 0.00415 |
| 青岛 | 0.00396 | 0.00410 | 0.00412 | 0.00396 | 0.00411 | 0.00406 | 0.00409 |
| 亿金 | 0.00402 | 0.00419 | 0.00422 | 0.00406 | 0.00425 | 0.00412 | 0.00415 |
| 广东 | 0.00439 | 0.00446 | 0.00456 | 0.00459 | 0.00457 | 0.00443 | 0.00432 |
| 4 | 国合 | 0.00845 | 0.00844 | 0.00844 | 0.00833 | 0.00826 | 0.00839 | 0.00830 |
| 锆铪中心 | 0.00803 | 0.00809 | 0.00821 | 0.00813 | 0.00803 | 0.00815 | 0.00811 |
| 西部新锆 | 0.00823 | 0.00836 | 0.00838 | 0.00833 | 0.00822 | 0.00845 | 0.00820 |
| 青岛 | 0.00813 | 0.00829 | 0.00816 | 0.00826 | 0.00831 | 0.00806 | 0.00816 |
| 亿金 | 0.00842 | 0.00831 | 0.00866 | 0.00829 | 0.00849 | 0.00853 | 0.00839 |
| 广东 | 0.00803 | 0.00836 | 0.00839 | 0.00846 | 0.00848 | 0.00852 | 0.00851 |

| 水平数 | 实验室 | Co 的质量分数/%，（n=7） | | | | | | |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 1 | 国合 | 0.00169 | 0.00156 | 0.00167 | 0.00152 | 0.00160 | 0.00141 | 0.00145 |
| 锆铪中心 | 0.00150 | 0.00155 | 0.00153 | 0.00154 | 0.00153 | 0.00149 | 0.00152 |
| 西部新锆 | 0.00157 | 0.00165 | 0.00140 | 0.00152 | 0.00163 | 0.00159 | 0.00147 |
| 青岛 | 0.00160 | 0.00136 | 0.00137 | 0.00139 | 0.00135 | 0.00133 | 0.00154 |
| 亿金 | 0.00165 | 0.00149 | 0.00171 | 0.00153 | 0.00144 | 0.00165 | 0.00169 |
| 广东 | 0.00145 | 0.00147 | 0.00149 | 0.00151 | 0.00145 | 0.00147 | 0.00154 |
| 2 | 国合 | 0.00395 | 0.00387 | 0.00381 | 0.00384 | 0.00389 | 0.00386 | 0.00399 |
| 锆铪中心 | 0.00425 | 0.00406 | 0.00398 | 0.00400 | 0.00395 | 0.00386 | 0.00396 |
| 西部新锆 | 0.00406 | 0.00406 | 0.00409 | 0.00395 | 0.00387 | 0.00399 | 0.00412 |
| 青岛 | 0.00383 | 0.00373 | 0.00365 | 0.00368 | 0.00375 | 0.00370 | 0.00374 |
| 亿金 | 0.00401 | 0.00391 | 0.00409 | 0.00385 | 0.00396 | 0.00388 | 0.00386 |
| 广东 | 0.00403 | 0.00411 | 0.00403 | 0.00401 | 0.00411 | 0.00403 | 0.00401 |
| 3 | 国合 | 0.00801 | 0.00788 | 0.00784 | 0.00800 | 0.00809 | 0.00804 | 0.00784 |
| 锆铪中心 | 0.00783 | 0.00776 | 0.00776 | 0.00770 | 0.00773 | 0.00788 | 0.00772 |
| 西部新锆 | 0.00798 | 0.00815 | 0.00794 | 0.00808 | 0.00786 | 0.00816 | 0.00793 |
| 青岛 | 0.00787 | 0.00781 | 0.00773 | 0.00775 | 0.00790 | 0.00779 | 0.00790 |
| 亿金 | 0.00811 | 0.00789 | 0.00741 | 0.00771 | 0.00786 | 0.00795 | 0.00805 |
| 广东 | 0.00805 | 0.00804 | 0.00806 | 0.00808 | 0.00811 | 0.00798 | 0.00798 |

| 水平数 | 实验室 | Ni 的质量分数/%，（n=7） | | | | | | |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 1 | 国合 | 0.00148 | 0.00147 | 0.00148 | 0.00155 | 0.00154 | 0.00149 | 0.00151 |
| 锆铪中心 | 0.00156 | 0.00154 | 0.00134 | 0.00154 | 0.00147 | 0.00142 | 0.00158 |
| 西部新锆 | 0.00141 | 0.00145 | 0.00152 | 0.00151 | 0.00158 | 0.00159 | 0.00144 |
| 青岛 | 0.00151 | 0.00147 | 0.00149 | 0.00146 | 0.00146 | 0.00152 | 0.00140 |
| 亿金 | 0.00155 | 0.00146 | 0.00165 | 0.00144 | 0.00153 | 0.00163 | 0.00149 |
| 广东 | 0.00148 | 0.00147 | 0.00148 | 0.00155 | 0.00154 | 0.00149 | 0.00151 |
| 2 | 国合 | 0.00403 | 0.00406 | 0.00398 | 0.00407 | 0.00407 | 0.00399 | 0.00411 |
| 锆铪中心 | 0.00390 | 0.00398 | 0.00396 | 0.00394 | 0.00357 | 0.00379 | 0.00370 |
| 西部新锆 | 0.00414 | 0.00405 | 0.00387 | 0.00403 | 0.00399 | 0.00392 | 0.00389 |
| 青岛 | 0.00408 | 0.00401 | 0.00397 | 0.00396 | 0.00405 | 0.00398 | 0.00401 |
| 亿金 | 0.00405 | 0.00389 | 0.00421 | 0.00415 | 0.00396 | 0.00393 | 0.00409 |
| 广东 | 0.00403 | 0.00406 | 0.00398 | 0.00407 | 0.00407 | 0.00399 | 0.00411 |
| 3 | 国合 | 0.00805 | 0.00807 | 0.00860 | 0.00789 | 0.00811 | 0.00811 | 0.00799 |
| 锆铪中心 | 0.00756 | 0.00749 | 0.00769 | 0.00767 | 0.00752 | 0.00758 | 0.00741 |
| 西部新锆 | 0.00799 | 0.00803 | 0.00814 | 0.00785 | 0.00806 | 0.00821 | 0.00817 |
| 青岛 | 0.00780 | 0.00763 | 0.00805 | 0.00764 | 0.00761 | 0.00772 | 0.00773 |
| 亿金 | 0.00806 | 0.00791 | 0.00796 | 0.00785 | 0.00802 | 0.00783 | 0.00779 |
| 广东 | 0.00805 | 0.00807 | 0.00860 | 0.00789 | 0.00811 | 0.00811 | 0.00799 |

| 水平数 | 实验室 | Cu 的质量分数/%，（n=7） | | | | | | |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 1 | 国合 | 0.00016 | 0.00018 | 0.00019 | 0.00015 | 0.00018 | 0.00016 | 0.00018 |
| 锆铪中心 | 0.00023 | 0.00028 | 0.00026 | 0.00030 | 0.00026 | 0.00025 | 0.00024 |
| 西部新锆 | 0.00020 | 0.00019 | 0.00018 | 0.00016 | 0.00016 | 0.00017 | 0.00019 |
| 青岛 | 0.00018 | 0.00018 | 0.00019 | 0.00018 | 0.00018 | 0.00018 | 0.00018 |
| 亿金 | 0.00011 | 0.00017 | 0.00015 | 0.00013 | 0.00019 | 0.00012 | 0.00016 |
| 广东 | 0.00016 | 0.00023 | 0.00022 | 0.00021 | 0.00021 | 0.00022 | 0.00021 |
| 2 | 国合 | 0.00162 | 0.00161 | 0.00163 | 0.00151 | 0.00159 | 0.00155 | 0.00161 |
| 锆铪中心 | 0.00163 | 0.00153 | 0.00159 | 0.00167 | 0.00168 | 0.00153 | 0.00154 |
| 西部新锆 | 0.00164 | 0.00157 | 0.00168 | 0.00159 | 0.00153 | 0.00163 | 0.00155 |
| 青岛 | 0.00170 | 0.00165 | 0.00167 | 0.00169 | 0.00165 | 0.00160 | 0.00161 |
| 亿金 | 0.00151 | 0.00153 | 0.00143 | 0.00155 | 0.00149 | 0.00147 | 0.00152 |
| 广东 | 0.00169 | 0.00171 | 0.00168 | 0.00167 | 0.00169 | 0.00167 | 0.00171 |
| 3 | 国合 | 0.00404 | 0.00386 | 0.00387 | 0.00389 | 0.00394 | 0.00388 | 0.00415 |
| 锆铪中心 | 0.00395 | 0.00359 | 0.00374 | 0.00369 | 0.00361 | 0.00355 | 0.00359 |
| 西部新锆 | 0.00407 | 0.00397 | 0.00387 | 0.00412 | 0.00398 | 0.00403 | 0.00415 |
| 青岛 | 0.00405 | 0.00396 | 0.00385 | 0.00386 | 0.00395 | 0.00389 | 0.00395 |
| 亿金 | 0.00409 | 0.00389 | 0.00405 | 0.00390 | 0.00393 | 0.00395 | 0.00401 |
| 广东 | 0.00416 | 0.00421 | 0.00423 | 0.00427 | 0.00428 | 0.00423 | 0.00416 |
| 4 | 国合 | 0.00786 | 0.00787 | 0.00794 | 0.00796 | 0.00789 | 0.00801 | 0.00804 |
| 锆铪中心 | 0.00819 | 0.00897 | 0.00806 | 0.00811 | 0.00889 | 0.00890 | 0.00814 |
| 西部新锆 | 0.00806 | 0.00796 | 0.00786 | 0.00794 | 0.00805 | 0.00808 | 0.00816 |
| 青岛 | 0.00816 | 0.00804 | 0.00794 | 0.00794 | 0.00818 | 0.00799 | 0.00806 |
| 亿金 | 0.00794 | 0.00789 | 0.00776 | 0.00772 | 0.00783 | 0.00791 | 0.00779 |
| 广东 | 0.00805 | 0.00811 | 0.00812 | 0.00823 | 0.00824 | 0.00826 | 0.00827 |

| 水平数 | 实验室 | Zn 的质量分数/%，（n=7） | | | | | | |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 1 | 国合 | 0.00160 | 0.00159 | 0.00148 | 0.00151 | 0.00148 | 0.00156 | 0.00148 |
| 锆铪中心 | 0.00154 | 0.00156 | 0.00157 | 0.00158 | 0.00153 | 0.00151 | 0.00153 |
| 西部新锆 | 0.00167 | 0.00153 | 0.00166 | 0.00149 | 0.00162 | 0.00161 | 0.00146 |
| 青岛 | 0.00154 | 0.00147 | 0.00148 | 0.00150 | 0.00149 | 0.00141 | 0.00142 |
| 亿金 | 0.00161 | 0.00151 | 0.00156 | 0.00158 | 0.00155 | 0.00160 | 0.00149 |
| 广东 | 0.00159 | 0.00151 | 0.00156 | 0.00157 | 0.00148 | 0.00147 | 0.00149 |
| 2 | 国合 | 0.00376 | 0.00372 | 0.00389 | 0.00377 | 0.00379 | 0.00402 | 0.00405 |
| 锆铪中心 | 0.00392 | 0.00384 | 0.00385 | 0.00379 | 0.00369 | 0.00374 | 0.00373 |
| 西部新锆 | 0.00395 | 0.00406 | 0.00372 | 0.00405 | 0.00382 | 0.00371 | 0.00401 |
| 青岛 | 0.00386 | 0.00378 | 0.00368 | 0.00372 | 0.00378 | 0.00373 | 0.00378 |
| 亿金 | 0.00397 | 0.00378 | 0.00401 | 0.00375 | 0.00379 | 0.00388 | 0.00386 |
| 广东 | 0.00389 | 0.00423 | 0.00412 | 0.00411 | 0.00389 | 0.00399 | 0.00411 |
| 3 | 国合 | 0.00795 | 0.00788 | 0.00808 | 0.00819 | 0.00798 | 0.00791 | 0.00791 |
| 锆铪中心 | 0.00753 | 0.00749 | 0.00775 | 0.00760 | 0.00751 | 0.00761 | 0.00762 |
| 西部新锆 | 0.00803 | 0.00782 | 0.00811 | 0.00814 | 0.00795 | 0.00807 | 0.00786 |
| 青岛 | 0.00782 | 0.00777 | 0.00768 | 0.00763 | 0.00784 | 0.00772 | 0.00779 |
| 亿金 | 0.00809 | 0.00789 | 0.00815 | 0.00793 | 0.00802 | 0.00811 | 0.00782 |
| 广东 | 0.00783 | 0.00812 | 0.00803 | 0.00811 | 0.00811 | 0.00806 | 0.00816 |

| 水平数 | 实验室 | Mo 的质量分数/%，（n=7） | | | | | | |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 1 | 国合 | 0.00011 | 0.00012 | 0.00011 | 0.00012 | 0.00012 | 0.00012 | 0.00011 |
| 锆铪中心 | 0.00011 | 0.00012 | 0.00011 | 0.00012 | 0.00012 | 0.00012 | 0.00011 |
| 西部新锆 | 0.00013 | 0.00013 | 0.00014 | 0.00014 | 0.00012 | 0.00013 | 0.00011 |
| 青岛 | 0.00012 | 0.00012 | 0.00013 | 0.00012 | 0.00012 | 0.00011 | 0.00011 |
| 亿金 | 0.00010 | 0.00012 | 0.00011 | 0.00011 | 0.00012 | 0.00010 | 0.00012 |
| 广东 | 0.00013 | 0.00011 | 0.00014 | 0.00012 | 0.00013 | 0.00011 | 0.00012 |
| 2 | 国合 | 0.00143 | 0.00159 | 0.00155 | 0.00151 | 0.00147 | 0.00150 | 0.00154 |
| 锆铪中心 | 0.00145 | 0.00146 | 0.00147 | 0.00145 | 0.00147 | 0.00141 | 0.00141 |
| 西部新锆 | 0.00164 | 0.00145 | 0.00158 | 0.00152 | 0.00157 | 0.00143 | 0.00151 |
| 青岛 | 0.00159 | 0.00154 | 0.00154 | 0.00156 | 0.00153 | 0.00148 | 0.00150 |
| 亿金 | 0.00158 | 0.00145 | 0.00149 | 0.00155 | 0.00161 | 0.00142 | 0.00152 |
| 广东 | 0.00151 | 0.00153 | 0.00154 | 0.00149 | 0.00151 | 0.00153 | 0.00154 |
| 3 | 国合 | 0.00385 | 0.00378 | 0.00407 | 0.00399 | 0.00383 | 0.00389 | 0.00407 |
| 锆铪中心 | 0.00375 | 0.00387 | 0.00388 | 0.00378 | 0.00386 | 0.00387 | 0.00395 |
| 西部新锆 | 0.00406 | 0.00395 | 0.00385 | 0.00401 | 0.00387 | 0.00394 | 0.00402 |
| 青岛 | 0.00400 | 0.00391 | 0.00382 | 0.00383 | 0.00391 | 0.00386 | 0.00393 |
| 亿金 | 0.00405 | 0.00391 | 0.00411 | 0.00376 | 0.00409 | 0.00388 | 0.00396 |
| 广东 | 0.00403 | 0.00409 | 0.00401 | 0.00402 | 0.00403 | 0.00409 | 0.00403 |
| 4 | 国合 | 0.00791 | 0.00785 | 0.00791 | 0.00805 | 0.00809 | 0.00806 | 0.00814 |
| 锆铪中心 | 0.00742 | 0.00733 | 0.00746 | 0.00728 | 0.00797 | 0.00809 | 0.00822 |
| 西部新锆 | 0.00826 | 0.00803 | 0.00814 | 0.00819 | 0.00826 | 0.00833 | 0.00809 |
| 青岛 | 0.00821 | 0.00817 | 0.00806 | 0.00797 | 0.00823 | 0.00817 | 0.00825 |
| 亿金 | 0.00810 | 0.00795 | 0.00819 | 0.00794 | 0.00801 | 0.00809 | 0.00811 |
| 广东 | 0.00806 | 0.00811 | 0.00809 | 0.00798 | 0.00811 | 0.00811 | 0.00803 |

| 水平数 | 实验室 | Pb 的质量分数/%，（n=7） | | | | | | |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 1 | 国合 | 0.00151 | 0.00157 | 0.00149 | 0.00151 | 0.00142 | 0.00160 | 0.00149 |
| 锆铪中心 | 0.00147 | 0.00147 | 0.00148 | 0.00150 | 0.00146 | 0.00147 | 0.00148 |
| 西部新锆 | 0.00148 | 0.00158 | 0.00152 | 0.00161 | 0.00146 | 0.00165 | 0.00151 |
| 青岛 | 0.00147 | 0.00144 | 0.00145 | 0.00144 | 0.00144 | 0.00145 | 0.00139 |
| 亿金 | 0.00171 | 0.00163 | 0.00156 | 0.00159 | 0.00165 | 0.00167 | 0.00158 |
| 广东 | 0.00156 | 0.00151 | 0.00157 | 0.00151 | 0.00149 | 0.00151 | 0.00147 |
| 2 | 国合 | 0.00390 | 0.00389 | 0.00387 | 0.00392 | 0.00404 | 0.00403 | 0.00399 |
| 锆铪中心 | 0.00383 | 0.00384 | 0.00389 | 0.00383 | 0.00385 | 0.00386 | 0.00386 |
| 西部新锆 | 0.00387 | 0.00396 | 0.00372 | 0.00388 | 0.00401 | 0.00393 | 0.00405 |
| 青岛 | 0.00381 | 0.00376 | 0.00378 | 0.00379 | 0.00379 | 0.00370 | 0.00377 |
| 亿金 | 0.00369 | 0.00383 | 0.00355 | 0.00379 | 0.00365 | 0.00386 | 0.00375 |
| 广东 | 0.00403 | 0.00411 | 0.00412 | 0.00397 | 0.00411 | 0.00407 | 0.00401 |
| 3 | 国合 | 0.00818 | 0.00795 | 0.00787 | 0.00785 | 0.00791 | 0.00816 | 0.00814 |
| 锆铪中心 | 0.00773 | 0.00772 | 0.00778 | 0.00774 | 0.00773 | 0.00784 | 0.00774 |
| 西部新锆 | 0.00826 | 0.00813 | 0.00791 | 0.00818 | 0.00797 | 0.00822 | 0.00805 |
| 青岛 | 0.00793 | 0.00805 | 0.00793 | 0.00803 | 0.00814 | 0.00796 | 0.00806 |
| 亿金 | 0.00807 | 0.00789 | 0.00815 | 0.00796 | 0.00799 | 0.00801 | 0.00809 |
| 广东 | 0.00808 | 0.00799 | 0.00788 | 0.00789 | 0.00799 | 0.00798 | 0.00801 |

| 水平数 | 实验室 | Bi 的质量分数/%，（n=7） | | | | | | |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 1 | 国合 | 0.00148 | 0.00151 | 0.00158 | 0.00154 | 0.00140 | 0.00158 | 0.00148 |
| 锆铪中心 | 0.00145 | 0.00148 | 0.00146 | 0.00149 | 0.00145 | 0.00145 | 0.00147 |
| 西部新锆 | 0.00135 | 0.00144 | 0.00152 | 0.00157 | 0.00154 | 0.00141 | 0.00145 |
| 青岛 | 0.00149 | 0.00147 | 0.00148 | 0.00147 | 0.00147 | 0.00148 | 0.00142 |
| 亿金 | 0.00161 | 0.00149 | 0.00151 | 0.00166 | 0.00145 | 0.00163 | 0.00159 |
| 广东 | 0.00151 | 0.00148 | 0.00149 | 0.00147 | 0.00153 | 0.00154 | 0.00154 |
| 2 | 国合 | 0.00390 | 0.00390 | 0.00388 | 0.00395 | 0.00406 | 0.00404 | 0.00412 |
| 锆铪中心 | 0.00434 | 0.00435 | 0.00439 | 0.00438 | 0.00436 | 0.00437 | 0.00439 |
| 西部新锆 | 0.00383 | 0.00395 | 0.00407 | 0.00396 | 0.00415 | 0.00407 | 0.00412 |
| 青岛 | 0.00396 | 0.00393 | 0.00394 | 0.00396 | 0.00395 | 0.00385 | 0.00391 |
| 亿金 | 0.00405 | 0.00388 | 0.00411 | 0.00396 | 0.00415 | 0.00389 | 0.00405 |
| 广东 | 0.00403 | 0.00406 | 0.00411 | 0.00415 | 0.00407 | 0.00404 | 0.00397 |
| 3 | 国合 | 0.00792 | 0.00796 | 0.00828 | 0.00815 | 0.00821 | 0.00801 | 0.00828 |
| 锆铪中心 | 0.00784 | 0.00785 | 0.00794 | 0.00786 | 0.00789 | 0.00794 | 0.00792 |
| 西部新锆 | 0.00825 | 0.00816 | 0.00794 | 0.00811 | 0.00789 | 0.00806 | 0.00819 |
| 青岛 | 0.00821 | 0.00836 | 0.00822 | 0.00831 | 0.00841 | 0.00824 | 0.00841 |
| 亿金 | 0.00811 | 0.00802 | 0.00821 | 0.00798 | 0.00815 | 0.00821 | 0.00809 |
| 广东 | 0.00831 | 0.00801 | 0.00799 | 0.00801 | 0.00813 | 0.00801 | 0.00801 |

| 水平数 | 实验室 | Hf 的质量分数/%，（n=7） | | | | | | |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 1 | 国合 | 0.00034 | 0.00033 | 0.00034 | 0.00034 | 0.00031 | 0.00032 | 0.00033 |
| 锆铪中心 | 0.00033 | 0.00038 | 0.00030 | 0.00032 | 0.00035 | 0.00034 | 0.00040 |
| 西部新锆 | 0.00029 | 0.00031 | 0.00028 | 0.00032 | 0.00030 | 0.00031 | 0.00028 |
| 青岛 | 0.00033 | 0.00032 | 0.00031 | 0.00030 | 0.00030 | 0.00030 | 0.00030 |
| 亿金 | 0.00035 | 0.00036 | 0.00035 | 0.00039 | 0.00037 | 0.00040 | 0.00039 |
| 广东 | 0.00029 | 0.00029 | 0.00026 | 0.00033 | 0.00034 | 0.00029 | 0.00029 |
| 2 | 国合 | 0.00199 | 0.00201 | 0.00196 | 0.00185 | 0.00221 | 0.00195 | 0.00197 |
| 锆铪中心 | 0.00209 | 0.00201 | 0.00206 | 0.00205 | 0.00201 | 0.00205 | 0.00207 |
| 西部新锆 | 0.00216 | 0.00194 | 0.00198 | 0.00203 | 0.00221 | 0.00189 | 0.00201 |
| 青岛 | 0.00193 | 0.00198 | 0.00205 | 0.00201 | 0.00202 | 0.00197 | 0.00196 |
| 亿金 | 0.00183 | 0.00190 | 0.00185 | 0.00192 | 0.00179 | 0.00191 | 0.00189 |
| 广东 | 0.00225 | 0.00229 | 0.00213 | 0.00216 | 0.00215 | 0.00209 | 0.00209 |
| 3 | 国合 | 0.00702 | 0.00711 | 0.00715 | 0.00685 | 0.00693 | 0.00721 | 0.00732 |
| 锆铪中心 | 0.00786 | 0.00799 | 0.00798 | 0.00786 | 0.00752 | 0.00763 | 0.00769 |
| 西部新锆 | 0.00712 | 0.00731 | 0.00703 | 0.00694 | 0.00682 | 0.00726 | 0.00735 |
| 青岛 | 0.00704 | 0.00697 | 0.00703 | 0.00686 | 0.00692 | 0.00697 | 0.00693 |
| 亿金 | 0.00663 | 0.00689 | 0.00675 | 0.00669 | 0.00683 | 0.00677 | 0.00685 |
| 广东 | 0.00726 | 0.00719 | 0.00718 | 0.00716 | 0.00732 | 0.00713 | 0.00722 |