ICS 77.120.60

CCS H 13

|  |
| --- |
|  |

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXX—20XX

 锡及锡合金光电直读

 原子发射光谱分析方法

**Optical atomic emission spectrometric analysis method of**

**tin and tin alloy**

|  |
| --- |
| （送审稿） |
|  |

XXXX - XX - XX发布

XXXX - XX - XX实施

中华人民共和国工业和信息化部  发布

前  言

本文件按照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》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利，本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：云南锡业锡材有限公司、昆明冶金研究院有限公司、柳州华锡有色设计研究院有限责任公司、北京康普锡威科技有限公司、云南锡业股份有限公司、云南锡业股份有限公司锡业分公司、个旧市凯盟工贸有限公司、德国斯派克分析仪器公司、国家铜铝冶炼及加工产品质量检验检测中心（山东）、山东品冠检测技术服务有限公司

本文件主要起草人：韩红兰、张欣、黄慧兰、魏卿、汤粉兰、刘英波、罗舜、卢彩涛、黄小美、吕金梅、孙彪、卢红波、合斌、贺宝、谭雅蕾、曹嘉洌、李兰仙、段泽平、王士东、徐晶、杨喆涵、庞晓珍。

锡及锡合金光电直读

 原子发射光谱分析方法

1. 范围

本文件描述了锡及锡合金中合金元素及杂质元素含量的光电直读原子发射光谱分析方法。

本文件适用于锡及锡合金中砷、铁、铜、铅、铋、锑、镉、锌、铝、银、镍、钴12个元素含量的测定，各元素测定范围见表1。

表1 测定元素和范围

|  |  |
| --- | --- |
| 元素 | 测定范围（质量分数）% |
| As | 0.0004～0.300 |
| Fe | 0.0010～0.100 |
| Cu | 0.0005～11.00 |
| Pb | 0.0020～3.00 |
| Bi | 0.0020～59.00 |
| Sb | 0.0012～13.00 |
| Cd | 0.0004～1.80 |
| Zn | 0.0004～0.050 |
| Al | 0.0005～0.0050 |
| Ag | 0.0003～5.00 |
| Ni | 0.0003～2.00 |
| Co | 0.0003～0.030 |

1. 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 14203 火花放电原子发射光谱分析法通则

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

1. 术语和定义

GB/T 14203界定的术语和定义适用于本文件。

1. 原理

在氩气气氛中，将制备好的金属块状试样作为一个电极，用光源发生器使试样与对电极之间激发发光，并将该光束引入分光室，经分光系统色散后形成光谱，对选定的光谱线经光电转换系统及测量系统进行光电转换并测量谱线强度，由计算机依据相应标准样品制作的工作曲线测出试样中各待测元素的质量分数。

1. 仪器设备

5.1光电直读原子发射光谱仪

仪器参考工作条件参见附录A。

5.2试样加工设备

车床或铣床。

1. 材料及标准样品

6.1 气体

激发间隙保护气体，高纯氩气或按仪器说明书选用。

6.2标准样品

标准样品用于建立工作曲线，应采用国家级、行业级或公认的权威机构研制的标准样品，并能涵盖分析元素的测定范围，同时保持适当的梯度。

6.3标准化样品

用于修正仪器状态变化导致测定结果的偏离而使用的。标准化样品应均匀并能得到稳定的谱线强度。标准化样品可以从有证标准样品中选取，也可从满足基本要求的、均匀稳定的控制样品中选取。当使用两点标准化时，其含量分别取每个元素工作曲线的上限和下限附近含量。

6.4控制样品

控制样品应与分析试样具有相近的化学成分和组织结构，且是有准确赋值的均匀样品，可以用于类型标准化修正。

7试样

7.1试样要求

试样应足够覆盖激发台的激发孔径，以使激发室不漏气。试样应有足够的厚度，保证光谱分析时不被击穿。

7.2制样

制样时应避免加工过程中对试样的污染，将试样用车床或铣床加工，获得有一定的光洁度、平整、无缩孔、无夹杂、无裂纹的表面。粉末样品可采用压片法制备分析试样。

8分析歩骤

8.1仪器开机：按照仪器使用说明书要求，开机预热，检查仪器状态，准备好仪器，如有异常及时处理。

8.2仪器校准：利用标准化样品定期对仪器进行校准，校正因电子系统、光学系统、温度、湿度等因素变化引起的工作曲线的漂移，从而确保分析的准确度。校准的时间间隔取决于仪器的稳定性。

8.3工作曲线的绘制：根据试样的合金类型或牌号，选择一系列标准样品；在所选定的工作条件下，激发该系列标准样品，每个标准样品至少激发3次，以标准样品中每个待测元素的含量为横坐标，该元素的相对强度平均值为纵坐标，绘制工作曲线。

8.4控制样品校准：必要时，可根据待测试样的种类，选择相应的控制样品，在所选定工作条件下，将控制样品至少激发3次，取其平均值保存，对试样分析结果进行校准。

8.5试样分析：在所选定的工作条件下，将试样置于仪器激发台，样品应完全覆盖激发孔，试样应至少激发3次，激发点不允许重叠，取其平均值作为分析结果。

9试验数据处理

分析结果以质量分数（%）表示，数值修约按照GB/T 8170的规定进行。按表2保留小数位数。

表2 分析结果的表示

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素的质量分数（%） | 0.0001～<0.010 | 0.010～<1.00 | 1.00～<59.00 |
| 保留小数 | 小数点后四位 | 小数点后三位 | 小数点后二位 |

10精密度

10.1重复性

在重复性条件下，获得的两次独立测试结果的绝对差值应不超过表3所列重复性限(*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或外延法求得。试验原始数据统计结果见附录B。

表3重复性限

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*As /% | 0.0004 | 0.0010  | 0.013 | 0.075 | 0.159 | 0.249 | － | － | － |
| *r*/% | 0.0002 | 0.0003 | 0.002 | 0.003 | 0.007 | 0.012 | － | － | － |
| *w*Fe /% | 0.0010  | 0.0023 | 0.0096 | 0.055 | 0.100  | － | － | － | － |
| *r/%* | 0.0002 | 0.0004 | 0.0007 | 0.007  | 0.013 | － | － | － | － |
| *w*Cu /% | 0.0005 | 0.0008 | 0.0047 | 0.049 | 0.100  | 0.841 | 3.81 | 8.01 | 11.58 |
| *r/%* | 0.0001 | 0.0002 | 0.0004 | 0.002 | 0.003 | 0.032 | 0.14 | 0.26 | 0.29 |
| *w*Pb /% | 0.0019 | 0.010  | 0.048 | 0.102 | 0.325 | 2.71 | － | － | － |
| *r/%* | 0.0003 | 0.001 | 0.002 | 0.004 | 0.009 | 0.11 | － | － | － |
| *w*Bi /% | 0.0020  | 0.021 | 0.056 | 0.557 | 35.09 | 58.37 | － | － | － |
| *r/%* | 0.0002 | 0.001 | 0.002 | 0.027 | 0.32 | 0.51 | － | － | － |
| *w*Sb /% | 0.0012 | 0.019 | 0.079 | 0.231 | 8.37 | 13.86 | － | － | － |
| *r/%* | 0.0003 | 0.001 | 0.004 | 0.015 | 0.20  | 0.26 | － | － | － |
| *w*Cd /% | 0.0004 | 0.0036 | 0.098 | 0.755 | 1.71 | － | － | － | － |
| *r/%* | 0.0001 | 0.0002 | 0.003 | 0.018 | 0.06 | － | － | － | － |
| *w*Zn /% | 0.0004 | 0.0021 | 0.0060  | 0.022 | 0.051 | － | － | － | － |
| *r/%* | 0.0001 | 0.0004 | 0.0009 | 0.002 | 0.003 | － | － | － | － |
| *w*Al /% | 0.0005 | 0.0009 | 0.0021 | 0.0056 | － | － | － | － | － |
| *r/%* | 0.0002 | 0.0003 | 0.0005 | 0.0006 | － | － | － | － | － |
| *w*Ag /% | 0.0003 | 0.0010 | 0.0060 | 0.030  | 0.503 | 1.01 | 3.76 | 4.96 | － |
| *r/%* | 0.0001 | 0.0002 | 0.0004 | 0.002 | 0.013 | 0.06 | 0.12 | 0.13 | － |
| *w*Ni/% | 0.0003 | 0.0009 | 0.0086 | 0.050  | 0.190  | 1.94 | － | － | － |
| *r/%* | 0.0001 | 0.0002 | 0.0010  | 0.002 | 0.014 | 0.11 | － | － | － |
| *w*Co/% | 0.0003 | 0.0014 | 0.0054 | 0.014  | 0.021 | 0.032 | － | － | － |
| *r/%* | 0.0001 | 0.0003 | 0.0007 | 0.001 | 0.002 | 0.003 | － | － | － |

10.2再现性

在再现性条件下，获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过表4所列再现性限(*R*)，超过再现性限(*R*)的情况不超过5%，再现性限(*R*)按表4数据采用线性内插法或外延法求得。试验原始数据统计结果见附录B。

表4再现性限

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*As /% | 0.0004 | 0.0010  | 0.013 | 0.075 | 0.159 | 0.249 | － | － | － |
| *R*/% | 0.0003 | 0.0005 | 0.005 | 0.006 | 0.017 | 0.019 | － | － | － |
| *w*Fe /% | 0.0010  | 0.0023 | 0.0096 | 0.055 | 0.100  | － | － | － | － |
| *R*/% | 0.0006 | 0.0007 | 0.0017 | 0.009  | 0.020  | － | － | － | － |
| *w*Cu /% | 0.0005 | 0.0008 | 0.0047 | 0.049 | 0.100  | 0.841 | 3.81 | 8.01 | 11.58 |
| *R*/% | 0.0002 | 0.0004 | 0.0010  | 0.006 | 0.011 | 0.038 | 0.27 | 0.30  | 0.57 |
| *w*Pb /% | 0.0019 | 0.010  | 0.048 | 0.102 | 0.325 | 2.71 | － | － | － |
| *R*/% | 0.0008 | 0.002 | 0.003 | 0.017 | 0.028 | 0.31 | － | － | － |
| *w*Bi /% | 0.0020  | 0.021 | 0.056 | 0.557 | 35.09 | 58.37 | － | － | － |
| *R*/% | 0.0006 | 0.002 | 0.007 | 0.046 | 0.47 | 1.05 | － | － | － |

表4再现性限(续)

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Sb /% | 0.0012 | 0.019 | 0.079 | 0.231 | 8.37 | 13.86 | － | － | － |
| *R*/% | 0.0005 | 0.005 | 0.010  | 0.037 | 0.29  | 0.33 | － | － | － |
| *w*Cd /% | 0.0004 | 0.0036 | 0.098 | 0.755 | 1.71 | － | － | － | － |
| *R*/% | 0.0003 | 0.0005 | 0.005  | 0.026 | 0.07 | － | － | － | － |
| *w*Zn /% | 0.0004 | 0.0021 | 0.0060  | 0.022 | 0.051 | － | － | － | － |
| *R*/% | 0.0003 | 0.0005 | 0.0015 | 0.003 | 0.006 | － | － | － | － |
| *w*Al /% | 0.0005 | 0.0009 | 0.0021 | 0.0056 | － | － | － | － | － |
| *R*/% | 0.0003 | 0.0005 | 0.0008 | 0.0009 | － | － | － | － | － |
| *w*Ag /% | 0.0003 | 0.0010 | 0.0061 | 0.030  | 0.503 | 1.01 | 3.76 | 4.96 | － |
| *R*/% | 0.0002 | 0.0003 | 0.0015 | 0.004 | 0.046 | 0.08 | 0.13 | 0.15 | － |
| *w*Ni/% | 0.0003 | 0.0009 | 0.0086 | 0.050  | 0.190  | 1.94 | － | － | － |
| *R*/% | 0.0002 | 0.0006 | 0.0022  | 0.005 | 0.021 | 0.25 | － | － | － |
| *w*Co/% | 0.0003 | 0.0014 | 0.0054 | 0.014  | 0.021 | 0.032 | － | － | － |
| *R*/% | 0.0002 | 0.0008 | 0.0012 | 0.002 | 0.003 | 0.005 | － | － | － |

11试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

——试验对象；

——本文件编号；

——分析结果；

——与基本分析步骤的差异；

——测定中观察到的异常现象；

——试验日期。

附 录 A

（资料性）

仪器工作条件、常用内标线及分析线

光电直读原子发射光谱仪测定锡及锡合金中常见分析元素参考工作条件、常用分析线见表A.1～A.2。

表A.1常见分析元素参考工作条件

|  |  |
| --- | --- |
| 参数 | 时间 |
| 氩气冲洗时间 | 2S |
| 预燃时间 | 4s |
| 积分时间 | 6S |
| 积分延迟 | 0 |
| 注：具体测试参数以设备厂家设定为准。 |

表A.2光电直读光谱仪常用分析线

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 元素 | 波长nm | 可能的干扰元素 |
| 背景 | 230.2、191.9 | / |
| Sn | 183.175、198.417、219.449、228.225、236.830、276.178、278.503、291.354、303.412、314.184、365.578 | / |
| As | 234.984 | Ni、Sb、Pb |
| Fe | 238.204、259.94、371.993 | Pb、Sb |
| Cu | 327.395、510.554、296.116、 324.753 | Pb、Sb |
| Pb | 405.781、500.542 | Cu、Sb、Bi、Ag |
| Bi | 306.772、359.611 | Ag |
| Sb | 326.751、259.809、217.581 | Fe、Pb、Ag、Cu、Zn |
| Cd | 226.502、361.051 | Pb、Sb、Cu |
| Zn | 213.857、330.258、334.502 | Cu、Ni、Sb |
| Al | 396.152 | / |
| Ag | 243.779、328.068、338.289、546.549 | Sb、Ni、Pb |
| Ni | 305.082、341.476 | Pb、Bi |
| Co | 345.351 | Cu、Ni |

附录B

（资料性）

实验室间试验数据统计结果

精密度数据由7家实验室对锡及锡合金中12个元素的4～9个不同水平样品进行测定，每个实验室对每个水平的元素含量在重复性条件下独立测定11次，测得的原始数据统计结果见附表B.1～B.14。

表B.1 As的统计结果表

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品标识 | 1# | 2# | 3# | 4# | 5# | 6# |
| 参加试验室的数目 | 4 | 6 | 7 | 7 | 6 | 5 |
| 可接受结果的数目 | 4 | 5 | 7 | 7 | 6 | 5 |
| 平均值/% | 0.0004 | 0.0010 | 0.013 | 0.075 | 0.159 | 0.249 |
| 重复性标准偏差（*sr*） | 0.000081 | 0.00012 | 0.00075 | 0.00099 | 0.0025 | 0.0042 |
| 重复性限（*r*）(2.8×*sr*) | 0.0002 | 0.0003 | 0.002 | 0.003 | 0.007 | 0.012 |
| 再现性标准偏差（*sR*） | 0.000097 | 0.00018 | 0.0017 | 0.0021 | 0.0061 | 0.0068 |
| 再现性限（*R*）(2.8×*sR*) | 0.0003 | 0.0005 | 0.005 | 0.006 | 0.017 | 0.019 |

表B.2 Fe的统计结果表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品标识 | 1# | 2# | 3# | 4# | 5# |
| 参加试验室的数目 | 6 | 7 | 7 | 7 | 7 |
| 可接受结果的数目 | 5 | 7 | 7 | 7 | 7 |
| 平均值/% | 0.0010 | 0.0023 | 0.0096 | 0.055 | 0.100 |
| 重复性标准偏差（*sr*） | 0.000054 | 0.00015 | 0.00027 | 0.0024 | 0.0047 |
| 重复性限（*r*）(2.8×*sr*) | 0.0002 | 0.0004 | 0.0007 | 0.007 | 0.013 |
| 再现性标准偏差（*sR*） | 0.00021 | 0.00024 | 0.00062 | 0.0033 | 0.0073 |
| 再现性限（*R*）(2.8×*sR*) | 0.0006 | 0.0007 | 0.0017 | 0.009 | 0.020 |

表B.3 Cu的统计结果表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品标识 | 1# | 2# | 3# | 4# | 5# |
| 参加试验室的数目 | 5 | 6 | 6 | 7 | 7 |
| 可接受结果的数目 | 5 | 6 | 6 | 7 | 7 |
| 平均值/% | 0.0005 | 0.0008 | 0.0047 | 0.049 | 0.100 |
| 重复性标准偏差（*sr*） | 0.000020 | 0.000054 | 0.00014 | 0.00054 | 0.0012 |
| 重复性限（*r*）(2.8×*sr*) | 0.0001 | 0.0002 | 0.0004 | 0.002 | 0.003 |
| 再现性标准偏差（*sR*） | 0.000088 | 0.00013 | 0.00037 | 0.0020 | 0.0038 |
| 再现性限（*R*）(2.8×*sR*) | 0.0002 | 0.0004 | 0.0010 | 0.006 | 0.011 |

表B.4 Cu的统计结果表

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品标识 | 6# | 7# | 8# | 9# |
| 参加试验室的数目 | 7 | 7 | 6 | 5 |
| 可接受结果的数目 | 7 | 7 | 6 | 5 |
| 平均值/% | 0.100 | 0.841 | 3.81 | 8.01 |
| 重复性标准偏差（*sr*） | 0.011 | 0.049 | 0.094 | 0.10 |
| 重复性限（*r*）(2.8×*sr*) | 0.032 | 0.14 | 0.26 | 0.29 |
| 再现性标准偏差（*sR*） | 0.014 | 0.095 | 0.11 | 0.20 |
| 再现性限（*R*）(2.8×*sR*) | 0.038 | 0.27 | 0.30 | 0.57 |

表B.5 Pb的统计结果表

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品标识 | 1# | 2# | 3# | 4# | 5# | 6# |
| 参加试验室的数目 | 5 | 7 | 6 | 7 | 6 | 7 |
| 可接受结果的数目 | 5 | 7 | 6 | 7 | 5 | 7 |
| 平均值/% | 0.0019 | 0.010 | 0.048 | 0.102 | 0.325 | 2.71 |
| 重复性标准偏差（*sr*） | 0.00012 | 0.00033 | 0.00076 | 0.0015 | 0.0031 | 0.039 |
| 重复性限（*r*）(2.8×*sr*) | 0.0003 | 0.001 | 0.002 | 0.004 | 0.009 | 0.11 |
| 再现性标准偏差（*sR*） | 0.00028 | 0.00080 | 0.00091 | 0.0059 | 0.010 | 0.11 |
| 再现性限（*R*）(2.8×*sR*) | 0.0008 | 0.002 | 0.003 | 0.017 | 0.028 | 0.31 |

表B.6 Bi的统计结果表

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品标识 | 1# | 2# | 3# | 4# | 5# | 6# |
| 参加试验室的数目 | 6 | 7 | 7 | 7 | 7 | 4 |
| 可接受结果的数目 | 5 | 7 | 7 | 7 | 7 | 4 |
| 平均值/% | 0.0020 | 0.021 | 0.056 | 0.557 | 35.09 | 58.37 |
| 重复性标准偏差（*sr*） | 0.000054 | 0.00043 | 0.00082 | 0.0095 | 0.11 | 0.18 |
| 重复性限（*r*）(2.8×*sr*) | 0.0002 | 0.001 | 0.002 | 0.027 | 0.32 | 0.51 |
| 再现性标准偏差（*sR*） | 0.00020 | 0.00072 | 0.0024 | 0.017 | 0.17 | 0.37 |
| 再现性限（*R*）(2.8×*sR*) | 0.0006 | 0.002 | 0.007 | 0.046 | 0.47 | 1.05 |

表B.7 Sb的统计结果表

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品标识 | 1# | 2# | 3# | 4# | 5# | 6# |
| 参加试验室的数目 | 6 | 7 | 7 | 7 | 7 | 6 |
| 可接受结果的数目 | 6 | 6 | 7 | 7 | 7 | 6 |
| 平均值/% | 0.0012 | 0.019 | 0.079 | 0.231 | 8.37 | 13.86 |
| 重复性标准偏差（*sr*） | 0.000090 | 0.00020 | 0.0014 | 0.0054 | 0.070 | 0.092 |
| 重复性限（*r*）(2.8×*sr*) | 0.0003 | 0.001 | 0.004 | 0.015 | 0.20 | 0.26 |
| 再现性标准偏差（*sR*） | 0.00018 | 0.0017 | 0.0036 | 0.013 | 0.10 | 0.12 |
| 再现性限（*R*）(2.8×*sR*) | 0.0005 | 0.005 | 0.010 | 0.037 | 0.29 | 0.33 |

表B.8 Cd的统计结果表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品标识 | 1# | 2# | 3# | 4# | 5# |
| 参加试验室的数目 | 6 | 7 | 7 | 4 | 4 |
| 可接受结果的数目 | 6 | 7 | 7 | 4 | 4 |
| 平均值/% | 0.0004 | 0.0036 | 0.098 | 0.755 | 1.71 |
| 重复性标准偏差（*sr*） | 0.000029 | 0.000057 | 0.00097 | 0.0064 | 0.021 |
| 重复性限（*r*）(2.8×*sr*) | 0.0001 | 0.0002 | 0.003 | 0.018 | 0.06 |
| 再现性标准偏差（*sR*） | 0.000092 | 0.00019 | 0.0018 | 0.0092 | 0.024 |
| 再现性限（*R*）(2.8×*sR*) | 0.0003 | 0.0005 | 0.005 | 0.026 | 0.07 |

表B.9 Zn的统计结果表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品标识 | 1# | 2# | 3# | 4# | 5# |
| 参加试验室的数目 | 5 | 7 | 7 | 6 | 7 |
| 可接受结果的数目 | 5 | 6 | 7 | 6 | 6 |
| 平均值/% | 0.0004 | 0.0021 | 0.0060 | 0.022 | 0.051 |
| 重复性标准偏差（*sr*） | 0.000052 | 0.00014 | 0.00032 | 0.00067 | 0.00097 |
| 重复性限（*r*）(2.8×*sr*) | 0.0001 | 0.0004 | 0.0009 | 0.002 | 0.003 |
| 再现性标准偏差（*sR*） | 0.00010 | 0.00018 | 0.00053 | 0.00092 | 0.0020 |
| 再现性限（*R*）(2.8×*sR*) | 0.0003 | 0.0005 | 0.0015 | 0.003 | 0.006 |

表B.10 Al的统计结果表

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品标识 | 1# | 2# | 3# | 4# |
| 参加试验室的数目 | 6 | 6 | 6 | 5 |
| 可接受结果的数目 | 6 | 6 | 6 | 5 |
| 平均值/% | 0.0005 | 0.0009 | 0.0021 | 0.0056 |
| 重复性标准偏差（*sr*） | 0.000077 | 0.00010 | 0.00017 | 0.00022 |
| 重复性限（*r*）(2.8×*sr*) | 0.0002 | 0.0003 | 0.0005 | 0.0006 |
| 再现性标准偏差（*sR*） | 0.00010 | 0.00017 | 0.00028 | 0.00033 |
| 再现性限（*R*）(2.8×*sR*) | 0.0003 | 0.0005 | 0.0008 | 0.0009 |

表B.11 Ag的统计结果表

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品标识 | 1# | 2# | 3# | 4# |
| 参加试验室的数目 | 6 | 6 | 7 | 7 |
| 可接受结果的数目 | 6 | 6 | 6 | 7 |
| 平均值/% | 0.0003 | 0.0010 | 0.0060 | 0.030 |
| 重复性标准偏差（*sr*） | 0.000034 | 0.000073 | 0.00013 | 0.00083 |
| 重复性限（*r*）(2.8×*sr*) | 0.0001 | 0.0002 | 0.0004 | 0.002 |
| 再现性标准偏差（*sR*） | 0.000058 | 0.000095 | 0.00054 | 0.0013 |
| 再现性限（*R*）(2.8×*sR*) | 0.0002 | 0.0003 | 0.0015 | 0.004 |

表B.12 Ag的统计结果表

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品标识 | 5# | 6# | 7# | 8# |
| 参加试验室的数目 | 7 | 7 | 7 | 6 |
| 可接受结果的数目 | 7 | 7 | 5 | 6 |
| 平均值/% | 0.503 | 1.01 | 3.76 | 4.96 |
| 重复性标准偏差（*sr*） | 0.0048 | 0.020 | 0.044 | 0.045 |
| 重复性限（*r*）(2.8×*sr*) | 0.013 | 0.06 | 0.12 | 0.13 |
| 再现性标准偏差（*sR*） | 0.016 | 0.028 | 0.047 | 0.053 |
| 再现性限（*R*）(2.8×*sR*) | 0.046 | 0.08 | 0.13 | 0.15 |

表B.13 Ni的统计结果表

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品标识 | 1# | 2# | 3# | 4# | 5# | 6# |
| 参加试验室的数目 | 6 | 6 | 7 | 7 | 5 | 6 |
| 可接受结果的数目 | 6 | 6 | 7 | 7 | 5 | 6 |
| 平均值/% | 0.0003 | 0.0009 | 0.0086 | 0.050 | 0.190 | 1.94 |
| 重复性标准偏差（*sr*） | 0.000027 | 0.000065 | 0.00035 | 0.00078 | 0.0051 | 0.040 |
| 重复性限（*r*）(2.8×*sr*) | 0.0001 | 0.0002 | 0.0010 | 0.002 | 0.014 | 0.11 |
| 再现性标准偏差（*sR*） | 0.000085 | 0.00020 | 0.00078 | 0.0018 | 0.0075 | 0.088 |
| 再现性限（*R*）(2.8×*sR*) | 0.0002 | 0.0006 | 0.0022 | 0.005 | 0.021 | 0.25 |

表B.14 Co的统计结果表

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品标识 | 1# | 2# | 3# | 4# | 5# | 6# |
| 参加试验室的数目 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 4 |
| 可接受结果的数目 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 4 |
| 平均值/% | 0.0003 | 0.0014 | 0.0054 | 0.014 | 0.021 | 0.032 |
| 重复性标准偏差（*sr*） | 0.000023 | 0.00011 | 0.00025 | 0.00048 | 0.00055 | 0.0012 |
| 重复性限（*r*）(2.8×*sr*) | 0.0001 | 0.0003 | 0.0007 | 0.001 | 0.002 | 0.003 |
| 再现性标准偏差（*sR*） | 0.000059 | 0.00030 | 0.00041 | 0.00054 | 0.0012 | 0.0018 |
| 再现性限（*R*）(2.8×*sR*) | 0.0002 | 0.0008 | 0.0012 | 0.002 | 0.003 | 0.005 |