

镁及镁合金化学分析方法
铍、铝、钙、钛、铬、锰、铁、镍、
铜、锌、砷、镉、锡、汞、铅含量的
测定

电感耦合等离子体质谱法

编 制 说 明
(送审稿)

国标（北京）检验认证有限公司

2023 年 11 月

一. 工作简况（包括任务来源、协作单位、主要工作过程）

1、任务来源

2023年2月，全国有色金属标准化技术委员会下达了《关于转发2023年第一批有色金属国家、行业、协会标准制（修）订项目计划的通知》（有色标委[2023]22号），其中《镁及镁合金化学分析方法 铍、铝、钙、钛、铬、锰、铁、镍、铜、锌、砷、镉、锡、汞、铅含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》的制定工作由国标（北京）检验认证有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、中铝郑州有色金属研究院有限公司、广东省科学院工业分析检测中心负责起草，项目计划编号为2023-003-T/CNIA，项目周期18个月，完成年限2024年8月。

2、项目编制组单位及变化情况

在统一样品收集和标准研制过程中，缺少Mg9998A牌号的统一样，由河南宇航金属材料有限公司提供，最终确定编制组成员为国合通用（青岛）测试评价有限公司、昆明冶金研究院有限公司、中铝郑州有色金属研究院有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、岛津企业管理（中国）有限公司、河南宇航金属材料有限公司、辽宁中科力勒检测技术服务有限公司、西安交通大学。

3、主要参加单位和工作成员及其所做的工作

3.1 主要参加单位情况

国标（北京）检验认证有限公司是本标准的主编单位。在工作前期，对现阶段镁及镁合金产品标准及检测需求、检测现状及国内外相关检测标准进行了充分的调研，并设计了采用电感耦合等离子体质谱（ICP-MS）测定镁及镁合金中铍、铝、钙、钛、铬、锰、铁、镍、铜、锌、砷、镉、锡、汞、铅含量的实验方案。项目计划下达后，积极联系产品生产单位河南宇航金属材料有限公司制备样品；完成ICP-MS测定方法的研究并形成研究报告及《讨论稿》；发放样品并协调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编制《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。

有色金属技术经济研究院有限责任公司自参加标准工作以来，积极组织协调、召集相关单位召开标准会议，以及协调标准所需样品的收集等工作，为标准的编制提出了宝贵的意见和建议。

国合通用（青岛）测试评价有限公司、昆明冶金研究院有限公司、中铝郑州有色金属研究院有限公司是方法的一验单位，负责逐条验证《研究报告》的内容，对方法的可行性进行论证并给出结论；负责提供统一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。

广东省科学院工业分析检测中心、岛津企业管理（中国）有限公司是方法的二验单位，主要按照《研究报告》中的试验步骤完成统一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。辽宁中科力勒检测技术服务有限公司和西安交通大学参与标准的验证，对主编单位提供的统一样品进行准确度验证工作。

3.2 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

参加单位	起草人	工作职责
国标（北京）检验认证有限公司	胡芳菲	负责试验方案的确定，试验实施，各阶段标准文本、编制说明的编写、标准会议答辩等。
	刘鹏宇、王长华、杨复光、刘丽媛、赵景鑫	协助完成 ICP-MS 的相关试验。
有色金属技术经济研究院有限责任公司	谷柳	标准组织协调
国合通用（青岛）测试评价有限公司	王祥德、孙志远	负责方法一验工作，对 ICP-MS 的条件实验进行了验证，并完成精密度数据。
昆明冶金研究院有限公司	王劲蓉等	
中国铝业郑州有色金属研究院有限公司	张莹莹、宴唯真	
广东省科学院工业分析检测中心	周明俊等	负责方法二验工作，提供精密度数据。
岛津企业管理（中国）有限公司	陈昕	
河南宇航金属材料有限公司	李琦	提供统一样品
辽宁中科力勒检测技术服务有限公司	金姝等	参与方法验证工作
西安交通大学	卢思颖等	

4、主要工作过程

4.1 预研阶段

近十年来，随着我国镁及镁合金产品的快速发展，不仅涌现了越来越多的镁合金牌号，而且对原生镁锭的纯度提出了更高的要求。为了满足生产、贸易的小，国内外发布了一系列

镁相关的产品标准，其中化学成分分析检测是评价产品质量的一项重要指标，对镁及镁合金中元素及其含量的检测需求也日益提升。国标（北京）检验认证有限公司（以下简称“国标公司”）是国家有色金属行业最知名的第三方检验机构，长期从事镁及镁合金产品分析检测，对近年来客户委托需求和新发布的相关镁产品标准进行了调研、汇总。已发布的 GB/T 13748 系列标准中部分检测方法的下限不能满足镁及镁合金产品标准中对痕量元素检测下限的要求，如 Al、Ca 等；部分元素的检测下限正好是产品标准中规定的下限，如 Cu、Pb 等；还有部分元素在产品标准中有明确规定，但缺乏相应的检测方法，如 Cr、Hg 等；也有些元素的检测下限能够满足产品标准要求，如 Be、Mn 等，但检测方法均是单元素分析方法，检测效率低。主编单位在原有 GB/T 13748 系列标准的基础上，新增了等元素 ICP-MS 测试铍、铝、钙、钛、铬、锰、铁、镍、铜、锌、砷、镉、锡、汞、铅等元素这样一种高灵敏度、低检出限、多元素同时测定的分析方法来满足镁及镁合金中痕量元素的分析检测需求。

4.2 立项阶段

2022 年 11 月，国标（北京）检验认证有限公司向全体委员会提交了《镁及镁合金化学分析方法 铍、铝、钙、钛、铬、锰、铁、镍、铜、锌、砷、镉、锡、汞、铅含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》团体标准项目建议书、标准草案以及立项报告等材料，全体委员会论证结果为同意立项。

2023 年 2 月，全国有色金属标准化技术委员会下达了《镁及镁合金化学分析方法 铍、铝、钙、钛、铬、锰、铁、镍、铜、锌、砷、镉、锡、汞、铅含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》团体标准制订计划，项目计划编号为 2023-003-T/CNIA，项目周期 18 个月，完成年限 2024 年 8 月。

4.3 起草阶段

（1）任务落实

2023 年 3 月 8 日~3 月 10 日在江苏省苏州市召开工作会议，对本项目进行了任务落实。会议明确了项目的时间进度安排，国合通用（青岛）测试评价有限公司、昆明冶金研究院有限公司等 5 家单位参与方法的验证。

（2）样品收集及试验研究

任务落实会议后，结合修订的《原生镁锭》产品标准补充的牌号，起草单位联系河南宇航金属材料有限公司补充了牌号为 Mg9998A 的原生镁锭作为统一样。

2023 年 3 月~4 月，编制组人员对样品的称样量、溶解加酸量、质谱干扰、测定模式的选择、基体效应、检出限等进行条件实验，确定了采用 ICP-MS 分析镁及镁合金样品的试验步骤。按照确定的实验方法，对 4 个统一样及 1 个模拟样进行精密度测试，并对数据的平均

值和相对标准偏差进行整理汇总。

2023年5月初，起草单位撰写完成本项目的《研究报告》，撰写了《镁及镁合金化学分析方法 铍、铝、钙、钛、铬、锰、铁、镍、铜、锌、砷、镉、锡、汞、铅含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》（讨论稿）。

（3）验证单位验证

2023年5月初，起草单位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。2023年6月，各验证单位陆续完成验证工作并返回验证报告。验证单位主要针对试剂纯度要求、同位素选择、内标元素的选择等方面提出意见。起草单位认真考虑各验证单位意见，并在项目工作群进行反馈、讨论，对《讨论稿》进行修改完善后形成《镁及镁合金化学分析方法 铍、铝、钙、钛、铬、锰、铁、镍、铜、锌、砷、镉、锡、汞、铅含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》（征求意见稿）。

起草单位工作人员对各单位精密度数据进行了整理汇总，并对数据进行柯克伦检验剔除精密度离群值，对数据进行格拉布斯检验剔除准确度离群值，在此基础上完成了重复性限和再现性限的计算。

4.4 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等方式对《镁及镁合金化学分析方法 铍、铝、钙、钛、铬、锰、铁、镍、铜、锌、砷、镉、锡、汞、铅含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》（征求意见稿）征求意见，各单位通过微信、电话等方式向编制组反馈意见，编制组认真记录意见并形成意见汇总表。

2023年6月25日~28日在辽宁省沈阳市召开《镁及镁合金化学分析方法 铍、铝、钙、钛、铬、锰、铁、镍、铜、锌、砷、镉、锡、汞、铅含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》标准预审会。会上金川集团股份有限公司、广东先导稀材股份有限公司、东北轻合金有限责任公司、有研工程技术研究院有限公司等单位的三十余位专家代表对本标准进行审阅和讨论，并提出宝贵修改意见。专家建议补充As、Sn、Be、Ca精密度试验，由于收集到的统一一样中As含量约0.0060%，超过本方法的测定范围，故As含量的精密度试验不作补充。复测4#统一一样中Ca的含量，补充8#和9#统一一样，分别用于Be和Sn含量的测定，分别独立进行7次测定，统计精密度。会后，主起草单位国标（北京）检验认证根据专家提的宝贵意见对标准文本和编制说明进行修改，并进行补充试验。

在征求意见阶段，起草单位将征求意见稿发送至25家单位。其中收到征求意见稿后，回函的单位数为25个，回函并有建议或意见的单位数为11个，没有回函的单位数为0个。编制组依据各家单位的意见和对标准文本进行修改，最后形成本标准的送审稿。

4.5 审查阶段

4.6 报批阶段

二、标准编制原则

1、规范性原则

标准格式严格按照 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》、GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》等文件的要求编写，并按照 GB/T 6379.2-2004《测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第2部分：确定标准测试方法重复性与再现性的基本方法》的要求进行试验数据的统计及重复性限和再现性限的计算。

2、先进性原则

本标准采用电感耦合等离子体质谱法同时测定镁及镁合金中铍、铝、钙、钛、铬、锰、铁、镍、铜、锌、砷、镉、锡、汞、铅含量，采用碰撞反应池技术消除钙、铁、砷的质谱干扰。本标准在国内外均为首次制定，具有前瞻性和引领性。

3、适用性原则

本标准以满足我国镁及镁合金产品实际检测需求为原则，宜于应用，能够满足镁及镁合金产品标准规定的不同牌号镁及镁合金中杂质元素的测定，对生产企业的技术进步产生积极的促进作用。

4、合规性原则

本文件在修订过程中，充分考虑了国家法律、安全、卫生、环保法规的要求，符合相关规定。

三、标准主要内容的确定依据

本标准为首次制定标准。在标准的制定过程中主要对测定范围、样品溶解、质谱干扰、基体效应、内标元素、方法检出限和测定下限以及重复性限和再现性限等几个方面进行了确认：

1、测定范围

本标准规定了镁及镁合金中铍、铝、钙、钛、铬、锰、铁、镍、铜、锌、砷、镉、锡、汞、铅含量的测定方法。依据《原生镁锭》、《变形镁及镁合金牌号和化学成分》等产品标准对元素含量的要求，见表2。铍、铝、钛、铬、锰、铁、镍、铜、锌、砷、镉、锡、铅含量的测定下限定为0.0001%；考虑到ICP-MS仪器的检测能力，钙和汞的测定下限定为0.0005%；由于GB/T 13748系列标准中有ICP-AES方法，为使测试范围衔接得更好，将本标准的测试上限定为0.005%。即铍、铝、钛、铬、锰、铁、镍、铜、锌、砷、镉、锡、铅

的测定范围为 0.0001%~0.005%，钙和汞的测定范围为 0.0005%~0.005%。

表 2 测定范围的确定

元素	牌号	产品要求含量 w/%	ICP-MS 定量限 w/%
Al	MgZn ZE90M	≤0.0001	0.0000049
Be	Mg1101	≤0.0002	0.000014
Ca	MgAl AS21B	≤0.001	0.000065
Cd	Mg99.99 等	Cd+Hg+As+Cr< 0.01	0.0000045
Hg			0.00013
Cr			0.000012
As			0.000011
Cu	ISO-Mg99.99	≤0.0003	0.00006
Fe	MgZn ZE90M	≤0.0001	0.0000096
Mn	ISO-Mg99.99	≤0.0020	0.0000039
Ni	MgRE EZ22M	≤0.0001	0.000063
Pb	ISO-Mg99.98	≤0.0010	0.0000068
Sn	ISO-Mg99.99	≤0.0020	0.0000051
Zn	ISO-Mg99.99	≤0.0030	0.000041
Ti	Mg99.99	≤0.0005	0.0000044

2、样品称量与溶解

通常采用 ICP-MS 测定高纯金属及其合金时称样量为 0.10 g，本标准也采用 0.10 g 的称样量。

经条件试验确定，镁及镁合金可采用硝酸（1+1）+盐酸（1+1）混酸进行溶解。为了加速溶解，加入 2 mL 硝酸（1+1）和 0.5 mL 盐酸（1+1）需要低温加热，3 mL 硝酸（1+1）和 1 mL 盐酸（1+1）和 4 mL 硝酸（1+1）和 2 mL 盐酸（1+1）无需加热即可快速溶解样品。本着溶解方法简单、待测溶液保持一定的酸度且加酸不过量的原则，选择 3 mL 硝酸（1+1）和 1 mL 盐酸（1+1）作为溶样加酸量。

3、质谱干扰及测定模式选择

ICP-MS 分析时通常选择丰度高且无干扰的同位素质量数进行测定。镁及镁合金中 Be、Al、Ti、Cr、Mn、Ni、Cu、Zn、Cd、Sn、Hg、Pb 均有不受质谱干扰的同位素，选择各自丰度尽量高且不受干扰的同位素进行测定；⁵⁶Fe、⁴⁰Ca 及 ⁷⁵As 分别受到 ⁴⁰Ar¹⁶O、⁴⁰Ar 及 ³⁵Cl⁴⁰Ar⁺和 ³⁷Cl³⁸Ar⁺的干扰，需要采用碰撞反应池模式进行测定，如表 3 所示。

表 3 待测元素同位素丰度及质谱干扰情况

元素	同位素	丰度	质谱干扰	测定模式
Be	9	100	—	标准模式

Al	27	100	—	标准模式
Ca	40	96.94%	⁴⁰ Ar	碰撞反应池模式
	44	2.09%	—	标准模式
Ti	47	7.30%	—	标准模式
Cr	52	83.79%	—	标准模式
Mn	55	100%	—	标准模式
Fe	56	91.72%	⁴⁰ Ar ¹⁶ O	碰撞反应池模式
Ni	60	26.10%	—	标准模式
Cu	63	69.17%	—	标准模式
	65	30.83%	—	标准模式
Zn	66	27.90%	—	标准模式
	68	18.80%	—	标准模式
As	75	100	³⁵ Cl ⁴⁰ Ar ⁺ 、 ³⁷ Cl ³⁸ Ar ⁺	碰撞反应池模式
Cd	111	12.80%	—	标准模式
Sn	118	24.22%	—	标准模式
	119	8.58%	—	标准模式
Hg	201	13.22	—	标准模式
	202	29.86	—	标准模式
Pb	208	52.4	—	标准模式

4、基体效应

采用内标法校正基体影响及仪器波动对测定的影响。调谐仪器至最佳状态，比较了10ng/mL 钪、铈、铊三种内标元素在镁基体浓度分别为 0mg/mL、0.5mg/mL、1mg/mL 和 2mg/mL 溶液中的信号强度。试验结果表明，随着镁基体浓度增大，Sc 信号强度呈现上升趋势，而 Cs、Tl 内标计数基本稳定，如表 4。

表 4 不同基体浓度内标计数

基体浓度/mg/mL	Sc	Cs	Tl
0	129578	200082	175613
0.5	129651	195511	175934
1.0	134809	198388	174526
2.0	139217	199764	176389

以 Cs 和 Tl 为内标，对 1#样品进行轻、中、重质量元素 Be、Al、Ti、Ni、Cr、Sn、Pb 进行加标回收，结果如表 5 所示，回收率在 90%~110%范围内。因此，本方法采用内标法，不需要进行基体匹配。

表 5 内标回收率

元素	回收率/%	
	Cs	Tl
Be	99	103
Al	105	104
Ti	93	98
Ni	97	93
Cr	95	100
Sn	102	98
Pb	105	101

5、工作曲线及检出限

配制系列标准溶液，以待测元素的质量浓度为横坐标，待测元素与内标元素信号强度的比值为纵坐标，绘制标准工作曲线。各杂质元素线性方程及相关系数见表 5。对 11 份全流程空白溶液进行测定，计算标准偏差，以 3 倍标准偏差对应浓度计算检出限，以 10 倍标准偏差对应浓度计算定量限，结果见表 6。

表 6 工作曲线及方法的检出限和检测下限

元素	范围 (%)	线性方程	相关系数	方法检出限 (ng/mL)	方法定量限 (ng/mL)
Be9	0.0001~0.005	$Y=0.0113X+0.0001$	1.0000	0.015	0.049
Al27	0.0001~0.005	$Y=0.0528X+0.0080$	1.0000	0.042	0.14
Ca40	0.0005~0.005	$Y=0.0538X+0.2150$	0.9999	0.19	0.65
Ca44	0.0005~0.005	$Y=0.0021X+0.0381$	0.9997	0.35	1.1
Ti47	0.0001~0.005	$Y=0.0050X+0.0001$	0.9999	0.013	0.044
Cr52	0.0001~0.005	$Y=0.0637X+0.0235$	1.0000	0.037	0.12
Mn55	0.0001~0.005	$Y=0.0869X+0.0127$	1.0000	0.012	0.039
Fe56	0.0001~0.005	$Y=0.0592X+0.0166$	0.9999	0.029	0.096
Ni60	0.0001~0.005	$Y=0.0146X+0.0148$	1.0000	0.19	0.63
Cu63	0.0001~0.005	$Y=0.0352X+0.0941$	0.9999	0.22	0.73
Cu65	0.0001~0.005	$Y=0.0168X+0.0344$	1.0000	0.18	0.60
Zn66	0.0001~0.005	$Y=0.0102X+0.0038$	1.0000	0.14	0.47
Zn68	0.0001~0.005	$Y=0.0071X+0.0028$	1.0000	0.12	0.41
As75	0.0001~0.005	$Y=0.0071X+0.0001$	1.0000	0.034	0.11
Cd111	0.0001~0.005	$Y=0.0093X+0.0001$	1.0000	0.013	0.045
Sn118	0.0001~0.005	$Y=0.0286X+0.0013$	0.9995	0.15	0.51

元素	范围 (%)	线性方程	相关系数	方法检出限 (ng/mL)	方法定量限 (ng/mL)
Sn119	0.0001~0.005	$Y=0.0102X+0.0001$	0.9994	0.16	0.53
Hg201	0.0005~0.005	$Y=0.0049X+0.0001$	0.9998	0.38	1.3
Hg202	0.0005~0.005	$Y=0.0112+0.0017$	0.9997	0.41	1.4
Pb208	0.0001~0.005	$Y=0.0646X+0.0095$	1.0000	0.020	0.068

6、精密度数据的确定

本标准基于对 5 个水平的镁及镁合金中 Be、Al、Ca、Ti、Cr、Mn、Fe、Ni、Cu、Zn、As、Cd、Sn、Hg、Pb 含量的测定数据计算重复性限和再现性限。精密度数据是在 2022 年由 6 家试验室进行共同试验确定的。实验室代码见表 7。每个实验室对每个水平的杂质含量均独立测定 7 次。测量的原始数据及数理统计见附录 A。

表 7 实验室代码

代码	实验室名称	代码	实验室名称	代码	实验室名称
1	国标（北京）检验认证有限公司	2	国合通用（青岛）测试评价有限公司	3	昆明冶金研究院有限公司
4	中铝郑州有色金属研究院有限公司	5	广东省科学院工业分析检测中心	6	岛津企业管理（中国）有限公司

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

镁及镁合金具有很高的比强度、电磁屏蔽性、导电导热能力、生物兼容性等优异性能，被誉为“21 世纪绿色环保工程材料”。基于这些特点，镁及镁合金在化学、微电子、航空航天以及生物医药等领域得到广泛应用。

我国是镁资源大国，占世界镁资源的 70% 以上；我国也是世界镁材料与制品生产大国，镁及镁合金产量占全球比重已连续十多年超过 80%。随着皮江法在中国的大规模推广和使用，国外原镁生产逐步萎缩。到 2021 年，国外仅有以色列、哈萨克斯坦、俄罗斯、巴西和美国 5 个国家仍在生产原镁，总产量 13.5 万吨，占世界总产量的 17% 左右。我国镁及镁合金加工行业开展迅速，原镁产量居世界第一。

镁及镁合金中元素的成分和含量直接影响材料的性能。合金元素对镁合金力学性能的影响大致分为三类：（1）可同时提高合金强度与塑性的元素，以提高强度为主的作用顺序：Al、Zn、Ca、Ag、Ce、Ga、Ni、Cu 等；以提高塑性为主的作用排序：Ga、Zn、Ag、Ce、

Ca、Al、Ni、Cu。(2) 主要提高塑性而强度影响很小的元素有 Cd、Tl、Li 等。(3) 提高强度而降低塑性的元素有 Sn、Pb、Bi、Sb 等。因此，需要研究和建立准确测定镁及镁合金中各化学成分含量的分析方法及标准，对于研究镁及镁合金的理化性能、把控产品质量等具有十分重要的意义。

(二) 项目的可行性

电感耦合等离子体质谱仪具有多元素同时测定、检出限低等优点，已广泛应用于有色金属及其化合物中痕量杂质元素的测定。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 测定高纯金属或合金中痕量杂质元素在技术上是可行的，可检索到相关标准。例如 YS/T 5121《铜及铜合金化学分析方法》、GB/T 11066《金化学分析方法》、GB/T 13747《锆及锆合金化学分析方法》、GB/T 8647《镍化学分析方法》等系列分析方法都包含了 ICP-MS 法。镁及镁合金的化学分析方法主要有 YS/T 13748《镁及镁合金化学分析方法》系列分析方法这些方法既包含经典的分光光度法、原子吸收法，也涉及新兴的电感耦合等离子体发射光谱法，还有目前正在制订的辉光放电质谱法。

因此，依托产品性质，建立电感耦合等离子体质谱法测定镁及镁合金中铍、铝、钙、钛、铬、锰、铁、镍、铜、锌、砷、镉、锡、汞、铅含量的测试方法，在国家发展战略层面上是急需解决的，在技术上也是可行的。

(三) 标准预期的作用和效益

镁及镁合金材料在很多领域有着广泛地应用，且我国原镁产能、产量、出口均居世界首位。在目前国内有色金属行业缺乏镁及镁合金中痕量元素的标准分析方法的情况下，本项目的实施将以标准的形式规范镁及镁合金中痕量元素的分析，增加不同方法间数据的可比性；有助于完善镁及镁合金的测试评价体系，有利于促进相关企业改进生产工艺，提升产品品质；）同时也能够参与相关国际分析数据比对，提升我国标准的技术水平。

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

本标准属于镁及镁合金化学分析方法标准，领域内没有强制性国家标准。本标准规定的

检测方法适用于镁及镁合金产品标准中规定的镁及镁合金。

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

建议本标准为有色协会标准。

十、贯彻标准的要求和措施建议

本标准涉及镁及镁合金中 Be、Al、Ca、Ti、Cr、Mn、Fe、Ni、Cu、Zn、As、Cd、Sn、Hg、Pb 的同时测定，采用的检测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。建议镁及镁合金的生产和使用单位及各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

本标准为分析方法标准，待测元素测定下限低，标准验证过程中发现部分厂家的酸试剂无法满足空白要求，因此实验前首先要对所用试剂进行验收，满足测试需求才能使用。

同时，镁及镁合金中 Ca、Fe、As 的测定存在多原子离子质谱干扰，由于各单位所用设备厂家、型号不一致，质谱干扰情况不尽相同，测定前需要对测定条件进行优化，确定干扰消除以后才能进行测定。

编制项目组

2023 年 11 月

附录 A：原始数据及数理统计

1、Be 数据统计

1.1 各实验室 Be 实验数据

表 A.1 各实验室 Be 原始测定数据 (%)

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1 国标检验	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00207
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00206
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00198
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00207
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00206
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00204
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00206
2 国合青岛	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00213
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00209
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00196
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00207
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00211
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00201
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00205
3 昆明冶金	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00217
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00201
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00218
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00215
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00220
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00202
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00206
4 中铝郑州	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00215
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00218
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00203
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00205
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00206
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00204
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00194
5 广州有色	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00202
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00206
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00206
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00208
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00201

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00206
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00209
6 岛津	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00207
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00178
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00173
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00187
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00174
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00194
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00182

表 A.2 各实验室 Be 的平均值 (%)

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1 国标检验	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00205
2 国合青岛	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00206
3 昆明冶金	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00211
4 中铝郑州	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00206
5 广州有色	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00205
6 岛津	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00195

表 A.3 各实验室 Be 的标准偏差

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1 国标检验	/	/	/	/	0.000032
2 国合青岛	/	/	/	/	0.000059
3 昆明冶金	/	/	/	/	0.000080
4 中铝郑州	/	/	/	/	0.000080
5 广州有色	/	/	/	/	0.000029
6 岛津	/	/	/	/	0.000122

1.2 Be 一致性和离群值的检查

1.2.1 柯克伦检验

按柯克伦检验统计量计算结果如表 A.4。

表 A.4 Be 的柯克伦检验

实验室 i	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
S _{max} 实验室	/	/	/	/	6
S _{max} 值	/	/	/	/	0.000122
ΣS^2	/	/	/	/	3.31E-08
C	/	/	/	/	0.450
离群值 (Y/N)	/	/	/	/	N

歧离值 (Y/N)	/	/	/	/	Y
C 临界	实验室数 p=6, n=7 时, 科克伦检验 5% 临界值为 0.4184, 1% 临界值为 0.4866。				

柯克伦检验的结果表明, 实验室 6 的水平 5 为歧离值, 留用后计算。

1.2.2 格拉布斯检验

表 A.5 Be 的格拉布斯检验

统计量	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
均值的平均值	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00203
均值的标准差	/	/	/	/	0.000092
最大均值	/	/	/	/	0.00211
最小均值	/	/	/	/	0.00185
G _{max}	/	/	/	/	0.911
G _{min}	/	/	/	/	1.963
G 临界值	实验室数 p=6 时, G 临界值: 上 1% 点时为 1.973; 上 5% 点时为 1.887。				

格拉布斯检验显示, 无可疑值。

1.2.3 S_r、S_R、r 与 R 的计算

表 A.6 Be 的精密度计算数据

	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
总平均值	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00205
T1	/	/	/	/	0.0852
T2	/	/	/	/	0.00017
T3	/	/	/	/	42
T4	/	/	/	/	294
T5	/	/	/	/	1.98 × 10 ⁻⁷
P	/	/	/	/	6
S _r ²	/	/	/	/	5.51 × 10 ⁻⁹
S _L ²	/	/	/	/	7.58 × 10 ⁻⁹
S _R ²	/	/	/	/	1.31 × 10 ⁻⁸
S _r	/	/	/	/	7.42 × 10 ⁻⁵
S _R	/	/	/	/	0.00011
r	/	/	/	/	0.00021
R	/	/	/	/	0.00032

2、AI 数据统计

2.1 各实验室 AI 实验数据

表 A.7 各实验室 AI 原始测定数据 (%)

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1 国标检验	0.00029	0.00371	/	/	0.00029
	0.00030	0.00369	/	/	0.00030
	0.00031	0.00375	/	/	0.00031

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
	0.00032	0.00368	/	/	0.00032
	0.00032	0.00357	/	/	0.00032
	0.00035	0.00372	/	/	0.00035
	0.00035	0.00355	/	/	0.00035
2 国合青岛	0.00026	0.00391	/	/	0.00029
	0.00027	0.00389	/	/	0.00028
	0.00026	0.00385	/	/	0.00030
	0.00027	0.00398	/	/	0.00029
	0.00028	0.00377	/	/	0.00029
	0.00026	0.00382	/	/	0.00028
3 昆明冶金	0.00027	0.00395	/	/	0.00030
	0.00033	0.00379	/	/	0.00032
	0.0003	0.00371	/	/	0.00029
	0.0003	0.00361	/	/	0.00028
	0.00032	0.00354	/	/	0.00033
	0.00036	0.00397	/	/	0.00032
	0.00034	0.00378	/	/	0.00033
0.00038	0.00369	/	/	0.00033	
4 中铝郑州	0.00031	0.00376	/	/	0.00031
	0.0003	0.00361	/	/	0.0003
	0.00032	0.00334	/	/	0.00032
	0.00035	0.00352	/	/	0.00035
	0.00032	0.00346	/	/	0.00032
	0.00028	0.00373	/	/	0.00028
	0.00025	0.00356	/	/	0.00025
5 广州有色	0.00033	0.00428	/	/	0.00025
	0.00035	0.00418	/	/	0.00033
	0.00033	0.00404	/	/	0.00028
	0.00032	0.00421	/	/	0.00032
	0.00032	0.0041	/	/	0.00033
	0.0003	0.00427	/	/	0.00035
	0.00035	0.00413	/	/	0.00033
6 岛津	0.00033	0.00396	/	/	0.00033
	0.00030	0.00382	/	/	0.00030
	0.00030	0.00373	/	/	0.00030
	0.00034	0.00342	/	/	0.00034
	0.00029	0.00355	/	/	0.00029
	0.00032	0.00389	/	/	0.00032

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
	0.00030	0.00377	/	/	0.00030

表 A.8 各实验室 AI 的平均值 (%)

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1 国标检验	0.00032	0.00367	/	/	0.00032
2 国合青岛	0.00027	0.00388	/	/	0.00029
3 昆明冶金	0.00033	0.00373	/	/	0.00031
4 中铝郑州	0.00030	0.00357	/	/	0.00030
5 广州有色	0.00033	0.00417	/	/	0.00031
6 岛津	0.00031	0.00373	/	/	0.00031

表 A.9 各实验室 AI 的标准偏差

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1 国标检验	0.000023	0.000077	/	/	0.000023
2 国合青岛	0.000008	0.000074	/	/	0.000008
3 昆明冶金	0.000030	0.000139	/	/	0.000021
4 中铝郑州	0.000032	0.000148	/	/	0.000032
5 广州有色	0.000018	0.000089	/	/	0.000035
6 岛津	0.000019	0.000190	/	/	0.000019

2.2 AI 一致性和离群值的检查

2.2.1 柯克伦检验

按柯克伦检验统计量计算结果如表 A.10。

表 A.10 AI 的柯克伦检验

实验室 i	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
S _{max} 实验室	4	6	/	/	5
S _{max} 值	0.000032	0.000190	/	/	0.000035
ΣS^2	3.17×10^{-9}	9.64×10^{-8}	/	/	3.63×10^{-9}
C	0.324	0.374	/	/	0.337
离群值 (Y/N)	N	N	/	/	N
歧离值 (Y/N)	N	N	/	/	N
C 临界	实验室数 p=6, n=7 时, 科克伦检验 5% 临界值为 0.4184, 1% 临界值为 0.4866。				

柯克伦检验的结果表明, 无可疑值。

2.2.2 格拉布斯检验

表 A.11 AI 的格拉布斯检验

统计量	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
均值的平均值	0.00031	0.00379	/	/	0.00031
均值的标准差	0.000024	0.00021	/	/	0.00001

最大均值	0.00033	0.00417	/	/	0.00032
最小均值	0.00027	0.00357	/	/	0.00029
G _{max}	0.930	1.791	/	/	1.064
G _{min}	1.830	1.050	/	/	1.789
G 临界值	实验室数 p=6 时, G 临界值: 上 1%点时为 1.973; 上 5%点时为 1.887。				

格拉布斯检验显示, 无可疑值。

2.2.3 S_r、S_R、r 与 R 的计算

表 A.12 AI 的精密度计算数据

	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
总平均值	0.00031	0.00379	/	/	0.00031
T1	0.013	0.159	/	/	0.013
T2	4.07×10^{-6}	0.00061	/	/	4.01×10^{-6}
T3	42	42	/	/	42
T4	294	294	/	/	294
T5	1.90×10^{-8}	5.79×10^{-7}	/	/	2.18×10^{-8}
P	6	6	/	/	6
S _r ²	5.44×10^{-10}	1.64×10^{-8}	/	/	6.04×10^{-10}
S _L ²	4.74×10^{-10}	4.24×10^{-8}	/	/	2.41×10^{-11}
S _R ²	1.02×10^{-9}	5.89×10^{-8}	/	/	6.29×10^{-10}
S _r	2.33×10^{-5}	0.00013	/	/	2.46×10^{-5}
S _R	3.19×10^{-5}	0.00024	/	/	2.51×10^{-5}
r	0.00007	0.00036	/	/	0.00007
R	0.00009	0.00068	/	/	0.00009

3、Ca 数据统计

3.1 各实验室 Ca 实验数据

表 A.13 各实验室 Ca 原始测定数据 (%)

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1 国标检验	<0.0005	0.0007	0.00482	0.00152	<0.0005
	<0.0005	0.00085	0.00632	0.00151	<0.0005
	<0.0005	0.00103	0.00526	0.00157	<0.0005
	<0.0005	0.00088	0.00536	0.00158	<0.0005
	<0.0005	0.00055	0.00486	0.00152	<0.0005
	<0.0005	0.00077	0.00606	0.00129	<0.0005
	<0.0005	0.00065	0.00467	0.00152	<0.0005
2 国合青岛	<0.0005	0.00070	0.00483	0.00134	<0.0005
	<0.0005	0.00065	0.00495	0.00126	<0.0005
	<0.0005	0.00079	0.00608	0.00143	<0.0005
	<0.0005	0.00068	0.00516	0.00133	<0.0005

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
	<0.0005	0.00055	0.00485	0.00132	<0.0005
	<0.0005	0.00067	0.00521	0.00125	<0.0005
	<0.0005	0.00075	0.00497	0.00127	<0.0005
3 昆明冶金	<0.0005	0.00089	0.00569	0.00179	<0.0005
	<0.0005	0.00090	0.00518	0.00182	<0.0005
	<0.0005	0.00072	0.00606	0.00164	<0.0005
	<0.0005	0.00073	0.00554	0.00170	<0.0005
	<0.0005	0.00087	0.00522	0.00162	<0.0005
	<0.0005	0.00071	0.00605	0.00179	<0.0005
	<0.0005	0.00072	0.00514	0.00154	<0.0005
4 中铝郑州	/	/	/	/	/
	/	/	/	/	/
	/	/	/	/	/
	/	/	/	/	/
	/	/	/	/	/
	/	/	/	/	/
	/	/	/	/	/
5 广州有色	<0.0005	0.00070	0.00584	0.00130	<0.0005
	<0.0005	0.00063	0.00526	0.00142	<0.0005
	<0.0005	0.00079	0.00564	0.00146	<0.0005
	<0.0005	0.00078	0.00591	0.00133	<0.0005
	<0.0005	0.00069	0.00558	0.00131	<0.0005
	<0.0005	0.00085	0.00520	0.00148	<0.0005
	<0.0005	0.00070	0.00596	0.00132	<0.0005
6 岛津	<0.0005	0.00066	0.00362	0.00111	<0.0005
	<0.0005	0.00061	0.00354	0.00109	<0.0005
	<0.0005	0.00058	0.00365	0.00108	<0.0005
	<0.0005	0.00057	0.00347	0.00108	<0.0005
	<0.0005	0.00058	0.00326	0.00108	<0.0005
	<0.0005	0.00056	0.00339	0.00110	<0.0005
	<0.0005	0.00053	0.00346	0.00105	<0.0005

表 A.14 各实验室 Ca 的平均值 (%)

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1 国标检验	<0.0005	0.00078	0.00534	0.00150	<0.0005
2 国合青岛	<0.0005	0.00068	0.00515	0.00131	<0.0005
3 昆明冶金	<0.0005	0.00079	0.00555	0.00170	<0.0005

4 中铝郑州	/	/	/	/	/
5 广州有色	<0.0005	0.00073	0.00563	0.00137	<0.0005
6 岛津	<0.0005	0.00058	0.00348	0.00108	<0.0005

表 A.15 各实验室 Ca 的标准偏差

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1 国标检验	/	0.000160	0.000637	0.000097	/
2 国合青岛	/	0.000077	0.000435	0.000062	/
3 昆明冶金	/	0.000090	0.000397	0.000105	/
4 中铝郑州	/	/	/	/	/
5 广州有色	/	0.000075	0.000304	0.000077	/
6 岛津	/	0.000041	0.000135	0.000019	/

3.2 Ca 一致性和离群值的检查

3.2.1 柯克伦检验

按柯克伦检验统计量计算结果如表 A.16。

表 A.16 Ca 的柯克伦检验

实验室 i	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
S _{max} 实验室	/	1	1	3	/
S _{max} 值	/	0.000160	0.000637	0.000105	/
ΣS^2	/	4.68×10^{-8}	9.19×10^{-7}	3.06×10^{-8}	/
C	/	0.547	0.442	0.361	/
离群值 (Y/N)	/	N	N	N	/
歧离值 (Y/N)	/	Y	N	N	/
C 临界	实验室数 p=5, n=7 时, 科克伦检验 5% 临界值为 0.4783, 1% 临界值为 0.5531。				

柯克伦检验的结果表明, 实验室 1 的水平 2 为歧离值, 留用后计算。

3.2.2 格拉布斯检验

表 A.17 Ca 的格拉布斯检验

统计量	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
均值的平均值	/	0.00071	0.00497	0.00139	/
均值的标准差	/	0.000084	0.000845	0.000228	/
最大均值	/	0.00079	0.00555	0.00170	/
最小均值	/	0.00058	0.00348	0.00108	/
G _{max}	/	0.908	0.688, 0.971	1.339	/
G _{min}	/	1.548	1.763, 1.231	1.362	/
G 临界值	实验室数 p=5 时, G 临界值: 上 1% 点时为 1.764; 上 5% 点时为 1.715。 实验室数 p=4 时, G 临界值: 上 1% 点时为 1.494; 上 5% 点时为 1.481。				

格拉布斯检验显示, 实验室 6 的水平 3 为可疑值, 删去后计算, 无可疑值。

3.2.3 S_r、S_R、r 与 R 的计算

表 A.18 Ca 的精密度计算数据

	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
总平均值	/	0.00071	0.00534	0.00139	/
T1	/	0.025	0.150	0.0488	/
T2	/	1.80×10^{-5}	0.00080	6.96×10^{-5}	/
T3	/	35	28	35	/
T4	/	245	196	245	/
T5	/	2.81×10^{-7}	5.41×10^{-6}	1.75×10^{-7}	/
P	/	5	4	5	/
S_r^2	/	9.37×10^{-9}	2.25×10^{-7}	6.02×10^{-7}	/
S_L^2	/	5.64×10^{-9}	-3.58×10^{-9}	-5.56×10^{-8}	/
S_R^2	/	1.50×10^{-8}	2.13×10^{-7}	5.48×10^{-7}	/
S_r	/	9.68×10^{-5}	0.00046	0.00078	/
S_R	/	0.00012	0.00046	0.00074	/
r	/	0.00027	0.00134	0.0022	/
R	/	0.00035	0.00133	0.0021	/

4、Ti 数据统计

4.1 各实验室 Ti 实验数据

表 A.19 各实验室 Ti 原始测定数据 (%)

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1 国标检验	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00208
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00209
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00200
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00209
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00208
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00206
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00208
2 国合青岛	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00213
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00212
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00206
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00213
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00215
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00217
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00219
3 昆明冶金	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00205
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00198
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00207
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00203
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00212

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00208
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00203
4 中铝郑州	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00210
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00220
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00206
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00206
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00205
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00206
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00205
5 广州有色	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00207
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00207
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00210
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00215
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00212
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00219
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00210
6 岛津	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00174
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00167
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00173
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00174
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00172
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00168
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00173

表 A.20 各实验室 T_i 的平均值 (%)

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1 国标检验	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00207
2 国合青岛	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00214
3 昆明冶金	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00205
4 中铝郑州	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00208
5 广州有色	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00211
6 岛津	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00172

表 A.21 各实验室 T_i 的标准偏差

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1 国标检验	/	/	/	/	0.000032
2 国合青岛	/	/	/	/	0.000042

3 昆明冶金	/	/	/	/	0.000045
4 中铝郑州	/	/	/	/	0.000054
5 广州有色	/	/	/	/	0.000044
6 岛津	/	/	/	/	0.000029

4.2 Ti 一致性和离群值的检查

4.2.1 柯克伦检验

按柯克伦检验统计量计算结果如表 A.22。

表 A.22 Ti 的柯克伦检验

实验室 i	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
Smax 实验室	/	/	/	/	4
Smax 值	/	/	/	/	0.000054
ΣS^2	/	/	/	/	2.96E-09
C	/	/	/	/	0.284
离群值 (Y/N)	/	/	/	/	N
歧离值 (Y/N)	/	/	/	/	N
C 临界	实验室数 p=6, n=7 时, 科克伦检验 5% 临界值为 0.4184, 1% 临界值为 0.4866。				

柯克伦检验的结果表明, 无离群值和歧离值。

4.2.2 格拉布斯检验

表 A.23 Ti 的格拉布斯检验

统计量	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
均值的平均值	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00203
均值的标准差	/	/	/	/	0.000156
最大均值	/	/	/	/	0.00214
最小均值	/	/	/	/	0.00172
Gmax	/	/	/	/	0.690, 1.320
Gmin	/	/	/	/	2.002, 1.145
G 临界值	实验室数 p=6 时, G 临界值: 上 1% 点时为 1.973; 上 5% 点时为 1.887。 实验室数 p=5 时, G 临界值: 上 1% 点时为 1.494; 上 5% 点时为 1.481。				

格拉布斯检验显示, 实验室 6 水平 5 为可疑值, 删去后计算, 无可疑值。

4.2.3 Sr、SR、r 与 R 的计算

表 A.24 Ti 的精密度计算数据

	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
总平均值	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00209
T1	/	/	/	/	0.0732
T2	/	/	/	/	0.00015
T3	/	/	/	/	35
T4	/	/	/	/	245
T5	/	/	/	/	5.75×10^{-8}
P	/	/	/	/	5
Sr ²	/	/	/	/	1.92×10^{-9}

S_L^2	/	/	/	/	8.95×10^{-10}
S_R^2	/	/	/	/	2.81×10^{-9}
S_r	/	/	/	/	4.38×10^{-5}
S_R	/	/	/	/	5.30×10^{-5}
r	/	/	/	/	0.00012
R	/	/	/	/	0.00015

5、Cr 数据统计

5.1 各实验室 Cr 实验数据

表 A.25 各实验室 Cr 原始测定数据 (%)

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1 国标检验	0.00017	0.00025	0.00041	0.00042	0.00214
	0.00015	0.00028	0.00041	0.00042	0.00211
	0.00014	0.00028	0.0004	0.00044	0.00202
	0.00016	0.00026	0.00042	0.00043	0.00213
	0.00016	0.00025	0.00042	0.00044	0.00212
	0.00017	0.00027	0.0004	0.00043	0.00212
	0.00015	0.00026	0.00041	0.00043	0.00211
2 国合青岛	0.00011	0.00025	0.00042	0.00043	0.00194
	0.0001	0.00026	0.00043	0.00044	0.00189
	0.00011	0.00024	0.00042	0.00044	0.00202
	0.00011	0.00026	0.00042	0.00045	0.00203
	0.0001	0.00025	0.00042	0.00044	0.00198
	0.00013	0.00024	0.00041	0.00045	0.00206
	0.00012	0.00026	0.00043	0.00042	0.00208
3 昆明冶金	0.00015	0.00022	0.0004	0.00046	0.00211
	0.00016	0.00027	0.0004	0.00044	0.00208
	0.00018	0.00027	0.00039	0.00043	0.00206
	0.00018	0.00027	0.00041	0.00047	0.00206
	0.00013	0.00027	0.00041	0.00044	0.00204
	0.00018	0.00028	0.00039	0.00047	0.00204
	0.00017	0.00028	0.00039	0.00047	0.00201
4 中铝郑州	0.00012	0.00025	0.00038	0.0004	0.00207
	0.00015	0.00031	0.00036	0.00042	0.00205
	0.00012	0.00026	0.0004	0.0004	0.0019
	0.00011	0.00023	0.00037	0.00039	0.00198
	0.00014	0.00025	0.00036	0.00042	0.00195
	0.00013	0.00027	0.00036	0.00041	0.00195
	0.00012	0.00025	0.00035	0.00039	0.00196

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
5 广州有色	0.00017	0.00033	0.00042	0.00045	0.00216
	0.00022	0.00040	0.00042	0.0004	0.00212
	0.00016	0.00036	0.00041	0.00043	0.00201
	0.00023	0.00036	0.00038	0.00043	0.00208
	0.0002	0.00043	0.00041	0.00042	0.00215
	0.00017	0.00031	0.00038	0.00041	0.00214
	0.00019	0.00036	0.00042	0.00042	0.00206
6 岛津	0.00016	0.0002	0.00039	0.00043	0.00192
	0.0002	0.0002	0.00037	0.00041	0.00184
	0.00016	0.00019	0.00038	0.0004	0.00191
	0.00019	0.0002	0.00037	0.00041	0.00189
	0.00014	0.00019	0.00039	0.0004	0.00189
	0.00015	0.00019	0.00037	0.00042	0.00187
	0.00014	0.00019	0.00038	0.00041	0.00189

表 A.26 各实验室 Cr 的平均值 (%)

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1 国标检验	0.00016	0.00026	0.00041	0.00043	0.00211
2 国合青岛	0.00011	0.00025	0.00042	0.00044	0.00200
3 昆明冶金	0.00016	0.00027	0.00040	0.00045	0.00206
4 中铝郑州	0.00013	0.00026	0.00037	0.00040	0.00198
5 广州有色	0.00019	0.00036	0.00041	0.00042	0.00210
6 岛津	0.00016	0.00019	0.00038	0.00041	0.00189

表 A.27 各实验室 Cr 的标准偏差

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1 国标检验	0.000011	0.000013	0.000008	0.000008	0.000040
2 国合青岛	0.000011	0.000009	0.000007	0.000011	0.000068
3 昆明冶金	0.000019	0.000021	0.000009	0.000017	0.000032
4 中铝郑州	0.000014	0.000025	0.000017	0.000013	0.000060
5 广州有色	0.000027	0.000040	0.000018	0.000016	0.000055
6 岛津	0.000024	0.000005	0.000009	0.000011	0.000026

5.2 Cr 一致性和离群值的检查

5.2.1 柯克伦检验

按柯克伦检验统计量计算结果如表 A.28。

表 A.28 Cr 的柯克伦检验

实验室 i	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
-------	------	------	------	------	------

S _{max} 实验室	5	5	5	3	2
S _{max} 值	0.000027	0.000040	0.000018	0.000017	0.000068
ΣS ²	2.06×10 ⁻⁹	1.63×10 ⁻⁸	8.86×10 ⁻¹⁰	1.01×10 ⁻⁹	4.57×10 ⁻⁹
C	0.346	0.550, 0.475	0.371	0.292	0.315
离群值 (Y/N)	N	Y, N	N	N	N
歧离值 (Y/N)	N	N	N	N	N
C 临界	实验室数 p=6, n=7 时, 科克伦检验 5% 临界值为 0.4184, 1% 临界值为 0.4866。 实验室数 p=5, n=7 时, 科克伦检验 5% 临界值为 0.4783, 1% 临界值为 0.5531。				

柯克伦检验的结果表明, 实验室 5 水平 3 为离群值, 删去后计算, 无离群值和歧离值。

5.2.2 格拉布斯检验

表 A.29 Cr 的格拉布斯检验

统计量	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
均值的平均值	0.00015	0.00025	0.00040	0.00043	0.00202
均值的标准差	0.000029	0.000030	0.000020	0.000018	0.000084
最大均值	0.00019	0.00027	0.00042	0.00045	0.00211
最小均值	0.00011	0.00019	0.00037	0.00040	0.00189
G _{max}	1.361	0.618	1.217	1.501	1.007
G _{min}	1.428	1.758	1.431	1.240	1.606
G 临界值	实验室数 p=6 时, G 临界值: 上 1% 点时为 1.973; 上 5% 点时为 1.887。				

格拉布斯检验显示, 无可疑值。

5.2.3 S_r、S_R、r 与 R 的计算

表 A.30 Cr 的精密度计算数据

	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
总平均值	0.00015	0.00025	0.00040	0.00043	0.00202
T1	0.0064	0.0087	0.0167	0.0179	0.0849
T2	1.00×10 ⁻⁶	2.16×10 ⁻⁶	6.64×10 ⁻⁶	7.67×10 ⁻⁶	1.72×10 ⁻⁴
T3	42	35	42	42	42
T4	294	245	294	294	294
T5	1.24×10 ⁻⁸	8.00×10 ⁻⁹	5.31×10 ⁻⁹	6.06×10 ⁻⁹	8.70×10 ⁻⁸
P	6	5	6	6	6
S _r ²	3.44×10 ⁻¹⁰	2.76×10 ⁻¹⁰	1.44×10 ⁻¹⁰	1.68×10 ⁻¹⁰	2.42×10 ⁻⁹
S _L ²	7.73×10 ⁻¹⁰	8.65×10 ⁻¹⁰	3.78×10 ⁻¹⁰	3.09×10 ⁻¹⁰	6.75×10 ⁻⁹
S _R ²	1.12×10 ⁻⁹	1.14×10 ⁻⁹	5.21×10 ⁻¹⁰	4.77×10 ⁻¹⁰	9.16×10 ⁻⁹
S _r	1.85×10 ⁻⁵	1.66×10 ⁻⁵	1.20×10 ⁻⁵	1.30×10 ⁻⁵	4.92×10 ⁻⁵
S _R	3.34×10 ⁻⁵	3.38×10 ⁻⁵	2.28×10 ⁻⁵	2.18×10 ⁻⁵	9.57×10 ⁻⁵
r	0.00005	0.00005	0.00003	0.00004	0.00014
R	0.00009	0.00010	0.00006	0.00006	0.00027

6、Mn 数据统计

6.1 各实验室 Mn 实验数据

表 A.31 各实验室 Mn 原始测定数据 (%)

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1 国标检验	0.00063	0.00475	/	/	0.00063
	0.00068	0.00474	/	/	0.00068
	0.00064	0.00477	/	/	0.00064
	0.00067	0.00481	/	/	0.00067
	0.00067	0.00470	/	/	0.00067
	0.00066	0.00477	/	/	0.00066
	0.00064	0.00470	/	/	0.00064
2 国合青岛	0.00073	0.00468	/	/	0.00063
	0.00068	0.00474	/	/	0.00068
	0.00069	0.00477	/	/	0.00064
	0.00071	0.00481	/	/	0.00067
	0.00067	0.00476	/	/	0.00063
	0.00069	0.00477	/	/	0.00064
	0.00071	0.00470	/	/	0.00064
3 昆明冶金	0.00066	0.00483	/	/	0.00062
	0.00062	0.00486	/	/	0.00063
	0.00062	0.00470	/	/	0.00066
	0.00064	0.00481	/	/	0.0006
	0.00066	0.00485	/	/	0.00069
	0.00064	0.00472	/	/	0.00068
	0.00068	0.00488	/	/	0.00072
4 中铝郑州	0.00072	0.00476	/	/	0.00072
	0.00068	0.00482	/	/	0.00068
	0.00070	0.0048	/	/	0.0007
	0.00065	0.00475	/	/	0.00065
	0.00072	0.00472	/	/	0.00072
	0.00071	0.00470	/	/	0.00071
	0.00068	0.00467	/	/	0.00068
5 广州有色	0.00063	0.00488	/	/	0.00067
	0.0006	0.00469	/	/	0.00064
	0.00064	0.00473	/	/	0.00065
	0.00058	0.00471	/	/	0.00066
	0.00057	0.00472	/	/	0.00069
	0.00060	0.00475	/	/	0.00066
	0.00058	0.00467	/	/	0.00061
6 岛津	0.00063	0.00469	/	/	0.00063
	0.00063	0.00462	/	/	0.00063
	0.00064	0.00437	/	/	0.00064

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
	0.00064	0.00435	/	/	0.00064
	0.00064	0.00431	/	/	0.00064
	0.00065	0.00433	/	/	0.00065
	0.00066	0.00426	/	/	0.00066

表 A.32 各实验室 Mn 的平均值 (%)

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1 国标检验	0.00066	0.00475	/	/	0.00066
2 国合青岛	0.00070	0.00475	/	/	0.00065
3 昆明冶金	0.00065	0.00481	/	/	0.00066
4 中铝郑州	0.00069	0.00475	/	/	0.00069
5 广州有色	0.00060	0.00474	/	/	0.00065
6 岛津	0.00064	0.00441	/	/	0.00064

表 A.33 各实验室 Mn 的标准偏差

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1 国标检验	0.000019	0.000040	/	/	0.000019
2 国合青岛	0.000021	0.000045	/	/	0.000020
3 昆明冶金	0.000022	0.000070	/	/	0.000043
4 中铝郑州	0.000026	0.000053	/	/	0.000026
5 广州有色	0.000026	0.000069	/	/	0.000025
6 岛津	0.000011	0.000166	/	/	0.000011

6.2 一致性和离群值的检查

6.2.1 柯克伦检验

按柯克伦检验统计量计算结果如表 A.34。

表 A.34 Mn 的柯克伦检验

实验室 i	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
S _{max} 实验室	5	6	/	/	3
S _{max} 值	0.000026	0.000166	/	/	0.000043
ΣS^2	2.76×10^{-9}	4.38×10^{-8}	/	/	3.98×10^{-9}
C	0.254	0.632, 0.306	/	/	0.458
离群值 (Y/N)	N	Y, N	/	/	N
歧离值 (Y/N)	N	N	/	/	Y
C 临界	实验室数 p=6, n=7 时, 科克伦检验 5% 临界值为 0.4184, 1% 临界值为 0.4866。 实验室数 p=5, n=7 时, 科克伦检验 5% 临界值为 0.4783, 1% 临界值为 0.5531。				

柯克伦检验的结果表明, 实验室 3 水平 5 为歧离值, 留用; 实验室 6 水平 2 为离群值, 删去后计算, 无离群值。

6.2.2 格拉布斯检验

表 A.35 Mn 的格拉布斯检验

统计量	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
均值的平均值	0.00066	0.00476	/	/	0.00066
均值的标准差	0.000036	0.000029	/	/	0.000019
最大均值	0.00070	0.00481	/	/	0.00069
最小均值	0.00060	0.00474	/	/	0.00064
G _{max}	1.139	1.761	/	/	1.934
G _{min}	1.532	0.740	/	/	0.909
G 临界值	实验室数 p=6 时, G 临界值: 上 1%点时为 1.973; 上 5%点时为 1.887。 实验室数 p=5 时, G 临界值: 上 1%点时为 1.761; 上 5%点时为 1.715。				

格拉布斯检验显示, 无可疑值。

6.2.3 S_r、S_R、r 与 R 的计算

表 A.36 Mn 的精密度计算数据

	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
总平均值	0.00066	0.00476	/	/	0.00066
T1	0.0275	0.166	/	/	0.0278
T2	1.81×10^{-5}	0.00079	/	/	1.82×10^{-5}
T3	42	35	/	/	42
T4	294	245	/	/	294
T5	1.65×10^{-8}	9.65×10^{-8}	/	/	2.39×10^{-8}
P	6	5	/	/	6
S _r ²	4.60×10^{-10}	3.22×10^{-9}	/	/	6.63×10^{-10}
S _L ²	1.26×10^{-9}	3.56×10^{-10}	/	/	2.51×10^{-10}
S _R ²	1.72×10^{-9}	3.57×10^{-9}	/	/	9.14×10^{-10}
S _r	2.14×10^{-5}	5.67×10^{-5}	/	/	2.58×10^{-5}
S _R	4.14×10^{-5}	5.98×10^{-5}	/	/	3.02×10^{-5}
r	0.00006	0.00016	/	/	0.00007
R	0.00012	0.00017	/	/	0.00009

7、Fe 数据统计

7.1 各实验室实验数据

表 A.37 各实验室 Fe 原始测定数据 (%)

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1 国标检验	0.00137	0.00164	0.00111	0.00153	0.00334
	0.00136	0.0018	0.0011	0.00162	0.00332
	0.0014	0.00183	0.00109	0.00154	0.00333
	0.00138	0.00166	0.00114	0.00151	0.00335
	0.00136	0.0018	0.00116	0.00157	0.00333

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
	0.00138	0.00171	0.00115	0.00158	0.00332
	0.00132	0.0017	0.00123	0.00149	0.00333
2 国合青岛	0.00136	0.00167	0.00109	0.00146	0.00318
	0.00137	0.0017	0.001	0.00143	0.0033
	0.0014	0.00165	0.00113	0.00151	0.00324
	0.00141	0.00167	0.00104	0.00147	0.00328
	0.00136	0.00175	0.00096	0.00145	0.00335
	0.00138	0.00171	0.00115	0.00148	0.00332
	0.00132	0.0017	0.00113	0.00143	0.00311
3 昆明冶金	0.00131	0.00155	0.0011	0.00166	0.00334
	0.00131	0.00166	0.0012	0.00174	0.00332
	0.00129	0.00169	0.00106	0.00182	0.00333
	0.00131	0.0017	0.00118	0.00177	0.00335
	0.00137	0.00161	0.00113	0.00179	0.00333
	0.00134	0.00156	0.00107	0.00159	0.00332
	0.00132	0.0018	0.00122	0.00174	0.00333
4 中铝郑州	/	/	/	/	/
	/	/	/	/	/
	/	/	/	/	/
	/	/	/	/	/
	/	/	/	/	/
	/	/	/	/	/
	/	/	/	/	/
5 广州有色	0.00180	0.0017	0.00118	0.00166	0.00343
	0.00186	0.00166	0.00108	0.00164	0.00342
	0.00180	0.00165	0.00118	0.00154	0.00343
	0.00181	0.0016	0.00105	0.00155	0.00341
	0.00181	0.00162	0.00119	0.00159	0.00335
	0.00183	0.00168	0.00117	0.00168	0.00344
	0.00182	0.00168	0.0012	0.00169	0.00336
6 岛津	0.00139	0.00177	0.00095	0.00138	0.00336
	0.00135	0.00167	0.00087	0.00138	0.0033
	0.00136	0.00189	0.0009	0.00136	0.00332
	0.00134	0.00166	0.00088	0.00137	0.00335
	0.00134	0.00177	0.00092	0.00132	0.00331
	0.00132	0.00163	0.00089	0.00128	0.00332
	0.00132	0.00157	0.00095	0.00144	0.00333

表 A.38 各实验室 Fe 的平均值 (%)

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1 国标检验	0.00137	0.00173	0.00114	0.00155	0.00333
2 国合青岛	0.00137	0.00169	0.00107	0.00146	0.00325
3 昆明冶金	0.00132	0.00165	0.00114	0.00173	0.00333
4 中铝郑州	/	/	/	/	/
5 广州有色	0.00182	0.00166	0.00115	0.00162	0.00341
6 岛津	0.00135	0.00171	0.00091	0.00136	0.00333

表 A.39 各实验室 Fe 的标准偏差

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1 国标检验	0.000025	0.000075	0.000048	0.000045	0.000011
2 国合青岛	0.000030	0.000033	0.000073	0.000029	0.000084
3 昆明冶金	0.000026	0.000088	0.000064	0.000080	0.000011
4 中铝郑州	/	/	/	/	/
5 广州有色	0.000021	0.000036	0.000059	0.000061	0.000036
6 岛津	0.000024	0.000108	0.000032	0.000050	0.000021

7.2 一致性和离群值的检查

7.2.1 柯克伦检验

按柯克伦检验统计量计算结果如表 A.40。

表 A.40 Fe 的柯克伦检验

实验室 i	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
S _{max} 实验室	2	6	3	3	2
S _{max} 值	0.000030	0.000108	0.000073	0.000080	0.000050
ΣS^2	3.23×10^{-9}	2.74×10^{-8}	1.63×10^{-8}	1.55×10^{-8}	4.58×10^{-9}
C	0.273	0.424	0.327	0.410	0.538
离群值 (Y/N)	N	Y	N	Y	N
歧离值 (Y/N)	N	N	N	N	Y
C 临界	实验室数 p=5, n=7 时, 科克伦检验 5% 临界值为 0.4783, 1% 临界值为 0.5531。				

柯克伦检验的结果表明, 实验室 2 水平 5 为歧离值, 留用。

7.2.2 格拉布斯检验

表 A.41 Fe 的格拉布斯检验

统计量	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
均值的平均值	0.00144	0.00169	0.00108	0.00154	0.00333
均值的标准差	0.000210	0.000035	0.000102	0.000142	0.000054
最大均值	0.00182	0.00165	0.00115	0.00173	0.00341
最小均值	0.00132	0.00173	0.00091	0.00136	0.00325
G _{max}	1.781, 1.496	1.303	0.676	1.305	1.413
G _{min}	0.588, 1.481	1.032	1.703	1.289	1.413

G 临界值	实验室数 p=5 时, G 临界值: 上 1%点时为 1.761; 上 5%点时为 1.715。
	实验室数 p=4 时, G 临界值: 上 1%点时为 1.496; 上 5%点时为 1.481。

格拉布斯检验显示, 实验室 5 水平 1 为离群值, 删去后计算无离群值。

7.2.3 S_r 、 S_R 、 r 与 R 的计算

表 A.42 Fe 的精密度计算数据

	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
总平均值	0.00135	0.00169	0.00108	0.00154	0.00333
T1	0.0378	0.059	0.0379	0.0541	0.1165
T2	5.11×10^{-5}	9.99×10^{-5}	4.12×10^{-5}	8.41×10^{-5}	3.88×10^{-4}
T3	28	35	35	35	35
T4	196	245	245	245	245
T5	1.67×10^{-8}	1.64×10^{-7}	9.75×10^{-8}	1.80×10^{-5}	2.75×10^{-8}
P	4	5	5	5	5
S_r^2	6.95×10^{-10}	5.47×10^{-9}	3.25×10^{-9}	6.01×10^{-7}	9.15×10^{-10}
S_L^2	4.27×10^{-10}	4.34×10^{-10}	9.84×10^{-9}	-6.57×10^{-8}	2.74×10^{-9}
S_R^2	1.12×10^{-9}	5.90×10^{-9}	1.31×10^{-8}	5.36×10^{-7}	3.65×10^{-9}
S_r	2.64×10^{-5}	7.40×10^{-5}	5.70×10^{-5}	0.00078	3.03×10^{-5}
S_R	3.35×10^{-5}	7.68×10^{-5}	0.00011	0.00073	6.04×10^{-5}
r	0.00007	0.00021	0.00016	0.00219	0.00009
R	0.00009	0.00022	0.00032	0.00207	0.00017

8、Ni 数据统计

8.1 各实验室实验数据

表 A.43 各实验室 Ni 原始测定数据 (%)

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1 国标检验	<0.0001	0.00017	<0.0001	<0.0001	0.00202
	<0.0001	0.00018	<0.0001	<0.0001	0.00206
	<0.0001	0.00017	<0.0001	<0.0001	0.00198
	<0.0001	0.00018	<0.0001	<0.0001	0.00207
	<0.0001	0.00016	<0.0001	<0.0001	0.00202
	<0.0001	0.00016	<0.0001	<0.0001	0.00204
	<0.0001	0.00019	<0.0001	<0.0001	0.00202
2 国合青岛	<0.0001	0.00013	<0.0001	<0.0001	0.00208
	<0.0001	0.00014	<0.0001	<0.0001	0.00203
	<0.0001	0.00013	<0.0001	<0.0001	0.00204
	<0.0001	0.00014	<0.0001	<0.0001	0.00211
	<0.0001	0.00015	<0.0001	<0.0001	0.00208
	<0.0001	0.00013	<0.0001	<0.0001	0.00203
	<0.0001	0.00014	<0.0001	<0.0001	0.00205

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
3 昆明冶金	<0.0001	0.00019	<0.0001	<0.0001	0.00198
	<0.0001	0.00018	<0.0001	<0.0001	0.00211
	<0.0001	0.00022	<0.0001	<0.0001	0.00203
	<0.0001	0.00021	<0.0001	<0.0001	0.00208
	<0.0001	0.00022	<0.0001	<0.0001	0.00201
	<0.0001	0.00021	<0.0001	<0.0001	0.00202
	<0.0001	0.00021	<0.0001	<0.0001	0.002
4 中铝郑州	<0.0001	0.00013	<0.0001	<0.0001	0.00187
	<0.0001	0.00015	<0.0001	<0.0001	0.00192
	<0.0001	0.00014	<0.0001	<0.0001	0.00197
	<0.0001	0.00017	<0.0001	<0.0001	0.00201
	<0.0001	0.00014	<0.0001	<0.0001	0.00196
	<0.0001	0.00013	<0.0001	<0.0001	0.00198
	<0.0001	0.00014	<0.0001	<0.0001	0.00204
5 广州有色	<0.0001	0.00019	<0.0001	<0.0001	0.00217
	<0.0001	0.00019	<0.0001	<0.0001	0.00226
	<0.0001	0.00020	<0.0001	<0.0001	0.00227
	<0.0001	0.00021	<0.0001	<0.0001	0.00212
	<0.0001	0.00019	<0.0001	<0.0001	0.00225
	<0.0001	0.00017	<0.0001	<0.0001	0.00206
	<0.0001	0.00019	<0.0001	<0.0001	0.00214
6 岛津	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00187
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.0018
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00181
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00182
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00180
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00178
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00180

表 A.44 各实验室 Ni 的平均值 (%)

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1 国标检验	<0.0001	0.00017	<0.0001	<0.0001	0.00203
2 国合青岛	<0.0001	0.00014	<0.0001	<0.0001	0.00206
3 昆明冶金	<0.0001	0.00021	<0.0001	<0.0001	0.00203
4 中铝郑州	<0.0001	0.00014	<0.0001	<0.0001	0.00196
5 广州有色	<0.0001	0.00019	<0.0001	<0.0001	0.00218
6 岛津	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00181

表 A.45 各实验室 Ni 的标准偏差

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1 国标检验	/	0.000011	/	/	0.000030
2 国合青岛	/	0.000008	/	/	0.000031
3 昆明冶金	/	0.000015	/	/	0.000046
4 中铝郑州	/	0.000014	/	/	0.000056
5 广州有色	/	0.000012	/	/	0.000081
6 岛津	/	/	/	/	0.000029

8.2 一致性和离群值的检查

8.2.1 柯克伦检验

按柯克伦检验统计量计算结果如表 A.46。

表 A.46 Ni 的柯克伦检验

实验室 i	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
S _{max} 实验室	/	6	/	/	5
S _{max} 值	/	/	/	/	0.000081
ΣS^2	/	/	/	/	1.44×10^{-8}
C	/	/	/	/	0.451
离群值 (Y/N)	/	Y	/	/	N
歧离值 (Y/N)	/	N	/	/	Y
C 临界	实验室数 p=6, n=7 时, 科克伦检验 5% 临界值为 0.4783, 1% 临界值为 0.5531。				

实验室 6 水平 2 给出下限值, 删去后计算, 柯克伦检验的结果表明, 实验室 5 水平 5 为歧离值, 留用。

8.2.2 格拉布斯检验

表 A.47 Ni 的格拉布斯检验

统计量	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
均值的平均值	/	0.00017	/	/	0.00201
均值的标准差	/	0.000030	/	/	0.000122
最大均值	/	0.00021	/	/	0.00218
最小均值	/	0.00014	/	/	0.00181
G _{max}	/	1.197	/	/	1.379
G _{min}	/	1.102	/	/	1.657
G 临界值	实验室数 p=6 时, G 临界值: 上 1% 点时为 1.973; 上 5% 点时为 1.887。 实验室数 p=5 时, G 临界值: 上 1% 点时为 1.761; 上 5% 点时为 1.715。				

格拉布斯检验显示, 无离群值。

8.2.3 S_r、S_R、r 与 R 的计算

表 A.48 Ni 的精密度计算数据

	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
总平均值	/	0.00017	/	/	0.00201
T1	/	0.0060	/	/	0.0846

T2	/	1.04×10^{-6}	/	/	1.71×10^{-4}
T3	/	35	/	/	42
T4	/	245	/	/	294
T5	/	3.34×10^{-9}	/	/	8.67×10^{-8}
P	/	5	/	/	6
S_r^2	/	1.11×10^{-10}	/	/	2.41×10^{-9}
S_L^2	/	8.74×10^{-10}	/	/	1.45×10^{-8}
S_R^2	/	9.85×10^{-10}	/	/	1.69×10^{-8}
S_r	/	1.06×10^{-5}	/	/	4.91×10^{-5}
S_R	/	3.14×10^{-5}	/	/	1.30×10^{-4}
r	/	0.00003	/	/	0.00014
R	/	0.00009	/	/	0.00037

9、Cu 数据统计

9.1 各实验室实验数据

表 A.49 各实验室 Cu 原始测定数据 (%)

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1 国标检验	<0.0001	0.00015	0.00039	0.00048	0.00213
	<0.0001	0.00015	0.00038	0.00045	0.00218
	<0.0001	0.00017	0.00037	0.00044	0.00209
	<0.0001	0.00016	0.00038	0.00047	0.00216
	<0.0001	0.00015	0.00039	0.00044	0.00214
	<0.0001	0.00015	0.00038	0.00046	0.00212
	<0.0001	0.00016	0.00037	0.00046	0.0021
2 国合青岛	<0.0001	0.00016	0.00039	0.00046	0.00208
	<0.0001	0.00015	0.00038	0.00048	0.00215
	<0.0001	0.00015	0.0004	0.00043	0.00209
	<0.0001	0.00016	0.00041	0.00047	0.00213
	<0.0001	0.00016	0.00039	0.00042	0.00217
	<0.0001	0.00015	0.00038	0.00046	0.00214
	<0.0001	0.00017	0.0004	0.00043	0.00211
3 昆明冶金	<0.0001	0.00016	0.0004	0.00041	0.00213
	<0.0001	0.00013	0.0004	0.00046	0.00218
	<0.0001	0.00015	0.00042	0.00045	0.00209
	<0.0001	0.00016	0.00041	0.00043	0.00216
	<0.0001	0.00014	0.0004	0.00047	0.00214
	<0.0001	0.00016	0.00039	0.00042	0.00212
	<0.0001	0.00016	0.00039	0.00047	0.0021
4 中铝郑州	<0.0001	0.00011	0.00032	0.0004	0.00181

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
	<0.0001	0.0001	0.00032	0.00035	0.00182
	<0.0001	0.00012	0.00031	0.00035	0.00192
	<0.0001	0.00012	0.00033	0.00034	0.0019
	<0.0001	0.00012	0.00032	0.00035	0.00196
	<0.0001	0.00011	0.00031	0.00035	0.00194
	<0.0001	0.00013	0.00034	0.00037	0.00196
5 广州有色	<0.0001	0.00015	0.0004	0.00045	0.00209
	<0.0001	0.00016	0.00037	0.00047	0.00219
	<0.0001	0.00017	0.0004	0.00048	0.0022
	<0.0001	0.00016	0.0004	0.00048	0.00222
	<0.0001	0.00015	0.00037	0.00047	0.00202
	<0.0001	0.00015	0.00038	0.00046	0.00225
6 岛津	<0.0001	0.00019	0.0004	0.00046	0.00215
	<0.0001	0.00018	0.00036	0.00056	0.00184
	<0.0001	0.00018	0.00034	0.00054	0.00179
	<0.0001	0.00018	0.00034	0.00052	0.00179
	<0.0001	0.00017	0.00035	0.00053	0.00179
	<0.0001	0.00017	0.00039	0.00052	0.00177
	<0.0001	0.00018	0.00035	0.00053	0.00177
	<0.0001	0.00018	0.00035	0.00054	0.00178

表 A.50 各实验室 Cu 的平均值 (%)

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1 国标检验	<0.0001	0.00016	0.00038	0.00046	0.00213
2 国合青岛	<0.0001	0.00016	0.00039	0.00045	0.00212
3 昆明冶金	<0.0001	0.00015	0.00040	0.00044	0.00213
4 中铝郑州	<0.0001	0.00012	0.00032	0.00036	0.00190
5 广州有色	<0.0001	0.00016	0.00039	0.00047	0.00216
6 岛津	<0.0001	0.00018	0.00035	0.00053	0.00179

表 A.51 各实验室 Cu 的标准偏差

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1 国标检验	/	0.000008	0.000008	0.000015	0.000030
2 国合青岛	/	0.000008	0.000011	0.000023	0.000031
3 昆明冶金	/	0.000012	0.000011	0.000024	0.000046
4 中铝郑州	/	0.000010	0.000011	0.000020	0.000056
5 广州有色	/	0.000015	0.000015	0.000011	0.000081

6 岛津	/	0.000005	0.000017	0.000014	0.000029
------	---	----------	----------	----------	----------

9.2 一致性和离群值的检查

9.2.1 柯克伦检验

按柯克伦检验统计量计算结果如表 A.52。

表 A.52 Cu 的柯克伦检验

实验室 i	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
S _{max} 实验室	/	5	6	3	5
S _{max} 值	/	0.000015	0.000017	0.000024	0.000080
ΣS^2	/	6.00×10^{-10}	9.28×10^{-10}	2.09×10^{-9}	6.47×10^{-9}
C	/	0.357	0.318	0.285	0.460
离群值 (Y/N)	/	N	N	N	N
歧离值 (Y/N)	/	N	N	N	Y
C 临界	实验室数 p=6, n=7 时, 科克伦检验 5% 临界值为 0.4783, 1% 临界值为 0.5531。				

柯克伦检验的结果表明, 实验室 5 水平 5 为歧离值, 留用。

9.2.2 格拉布斯检验

表 A.53 Cu 的格拉布斯检验

统计量	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
均值的平均值	/	0.00015	0.00037	0.00045	0.00204
均值的标准差	/	0.00002	0.00003	0.00006	0.00015
最大均值	/	0.00018	0.00040	0.00053	0.00216
最小均值	/	0.00012	0.00032	0.00036	0.00179
G _{max}	/	1.555	0.944	1.465	0.776
G _{min}	/	1.755	1.722	1.659	1.613
G 临界值	实验室数 p=6 时, G 临界值: 上 1% 点时为 1.973; 上 5% 点时为 1.887。				

格拉布斯检验显示, 无离群值。

9.2.3 S_r、S_R、r 与 R 的计算

表 A.54 Cu 的精密度计算数据

	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
总平均值	/	0.00015	0.00037	0.00045	0.00201
T1	/	0.00643	0.0157	0.0190	0.0857
T2	/	9.99×10^{-7}	5.88×10^{-6}	8.69×10^{-6}	1.76×10^{-4}
T3	/	42	42	42	42
T4	/	294	294	294	294
T5	/	3.60×10^{-9}	5.57×10^{-9}	1.25×10^{-8}	8.44×10^{-8}
P	/	6	6	6	6
S _r ²	/	1.00×10^{-10}	1.55×10^{-10}	3.48×10^{-10}	2.35×10^{-9}
S _L ²	/	4.00×10^{-10}	8.79×10^{-10}	3.11×10^{-9}	2.36×10^{-8}
S _R ²	/	5.00×10^{-10}	1.03×10^{-9}	3.46×10^{-9}	2.60×10^{-8}
S _r	/	1.00×10^{-5}	1.24×10^{-5}	1.86×10^{-5}	4.84×10^{-5}
S _R	/	2.24×10^{-5}	3.21×10^{-5}	5.88×10^{-5}	1.61×10^{-4}

r	/	0.00003	0.00004	0.00005	0.00014
R	/	0.00006	0.00009	0.00017	0.00046

10、 Zn 数据统计

10.1 各实验室实验数据

表 A.55 各实验室 Zn 原始测定数据 (%)

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1 国标检验	0.00115	0.00422	0.00461	0.00471	0.00115
	0.00134	0.00428	0.00463	0.00477	0.00134
	0.00129	0.0043	0.00473	0.00495	0.00129
	0.00138	0.00436	0.00468	0.00479	0.00138
	0.00132	0.00405	0.00461	0.00486	0.00132
	0.00135	0.0043	0.00458	0.00483	0.00135
	0.00126	0.00421	0.00457	0.00483	0.00126
2 国合青岛	0.00132	0.00418	0.00458	0.00481	0.00125
	0.00128	0.00419	0.0046	0.00483	0.0013
	0.00131	0.0043	0.00464	0.00495	0.00131
	0.00138	0.00428	0.00468	0.00479	0.00129
	0.00134	0.00415	0.00459	0.00482	0.00132
	0.00135	0.00432	0.00454	0.00488	0.00131
	0.00126	0.00425	0.00463	0.00493	0.00126
3 昆明冶金	0.00125	0.00415	0.0049	0.00454	0.00123
	0.00128	0.00411	0.00484	0.00452	0.00138
	0.00123	0.00427	0.00463	0.0048	0.00133
	0.0013	0.00415	0.0049	0.00466	0.00134
	0.00134	0.00411	0.00475	0.00477	0.0014
	0.0014	0.0041	0.00486	0.0048	0.00122
	0.00124	0.00428	0.00481	0.00453	0.00137
4 中铝郑州	0.00138	0.00423	0.00466	0.00474	0.00138
	0.00128	0.00435	0.00464	0.0046	0.00128
	0.00132	0.00428	0.00468	0.00476	0.00132
	0.0013	0.00436	0.00472	0.00482	0.0013
	0.00135	0.0043	0.0046	0.0047	0.00135
	0.00126	0.00422	0.00462	0.00473	0.00126
	0.00142	0.00432	0.00463	0.00471	0.00142
5 广州有色	0.00115	0.00436	0.00457	0.00476	0.00121
	0.00114	0.0041	0.00471	0.00481	0.00119
	0.00119	0.00401	0.00464	0.00489	0.00118

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
	0.00118	0.00409	0.00465	0.00476	0.00121
	0.00112	0.00426	0.00463	0.00476	0.00132
	0.00115	0.00434	0.00458	0.00467	0.00117
	0.00116	0.004	0.00459	0.00482	0.00123
6 岛津	0.00101	0.00448	0.00445	0.00491	0.00101
	0.00096	0.00438	0.00439	0.00475	0.00096
	0.00098	0.00434	0.00438	0.00467	0.00098
	0.00098	0.00433	0.00438	0.00474	0.00098
	0.00096	0.00425	0.00443	0.0046	0.00096
	0.00098	0.00431	0.00437	0.00475	0.00098
	0.00096	0.00431	0.00432	0.00481	0.00096

表 A.56 各实验室 Zn 的平均值 (%)

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1 国标检验	0.00130	0.00425	0.00463	0.00482	0.00130
2 国合青岛	0.00132	0.00424	0.00461	0.00486	0.00129
3 昆明冶金	0.00129	0.00417	0.00481	0.00466	0.00132
4 中铝郑州	0.00133	0.00429	0.00465	0.00472	0.00133
5 广州有色	0.00116	0.00417	0.00462	0.00478	0.00122
6 岛津	0.00098	0.00434	0.00439	0.00475	0.00098

表 A.57 各实验室 Zn 的标准偏差

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1 国标检验	0.000076	0.000100	0.000057	0.000075	0.000076
2 国合青岛	0.000041	0.000066	0.000046	0.000062	0.000027
3 昆明冶金	0.000061	0.000076	0.000096	0.000131	0.000072
4 中铝郑州	0.000057	0.000055	0.000040	0.000067	0.000057
5 广州有色	0.000024	0.000152	0.000049	0.000068	0.000050
6 岛津	0.000018	0.000072	0.000042	0.000098	0.000018

10.2 一致性和离群值的检查

10.2.1 柯克伦检验

按柯克伦检验统计量计算结果如表 A.58。

表 A.58 Zn 的柯克伦检验

实验室 i	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
S _{max} 实验室	1	5	3	3	1
S _{max} 值	0.000076	0.000152	0.000096	0.000131	0.000076
ΣS ²	1.54 × 10 ⁻⁸	5.15 × 10 ⁻⁸	9.26 × 10 ⁻⁹	4.54 × 10 ⁻⁸	5.85 × 10 ⁻⁹

C	0.379	0.449	0.454	0.375	0.328
离群值 (Y/N)	N	N	N	N	N
歧离值 (Y/N)	N	Y	Y	N	N
C 临界	实验室数 p=6, n=7 时, 科克伦检验 5% 临界值为 0.4184, 1% 临界值为 0.4866。				

柯克伦检验的结果表明, 实验室 5 水平 2 为歧离值, 留用; 实验室 3 水平 3 为歧离值, 留用。

10.2.2 格拉布斯检验

表 A.59 Zn 的格拉布斯检验

统计量	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
均值的平均值	0.00123	0.00422	0.00462	0.00477	0.00124
均值的标准差	0.00014	0.00006	0.00014	0.00007	0.00014
最大均值	0.00133	0.00434	0.00481	0.00486	0.00133
最小均值	0.00098	0.00417	0.00439	0.00466	0.00098
G _{max}	0.729	2.180	1.430	1.319	0.670
G _{min}	1.818	1.023	1.700	1.480	1.946
G 临界值	实验室数 p=6 时, G 临界值: 上 1% 点时为 1.973; 上 5% 点时为 1.887。				

格拉布斯检验显示, 无离群值。

10.2.3 S_r、S_R、r 与 R 的计算

表 A.60 Zn 的精密度计算数据

	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
总平均值	0.00012	0.00424	0.00463	0.00477	0.00124
T1	0.0516	0.178	0.194	0.200	0.0521
T2	6.41×10^{-5}	8.97×10^{-4}	8.97×10^{-4}	9.54×10^{-4}	6.51×10^{-4}
T3	42	42	42	42	42
T4	294	294	294	294	294
T5	9.25×10^{-8}	3.09×10^{-7}	1.22×10^{-7}	2.73×10^{-7}	1.07×10^{-7}
P	6	6	6	6	6
S _r ²	2.57×10^{-9}	8.59×10^{-9}	3.40×10^{-9}	7.57×10^{-9}	2.97×10^{-9}
S _L ²	1.90×10^{-8}	3.64×10^{-9}	1.79×10^{-8}	3.95×10^{-9}	1.79×10^{-8}
S _R ²	2.16×10^{-8}	1.22×10^{-8}	2.13×10^{-8}	1.15×10^{-8}	2.09×10^{-8}
S _r	5.06×10^{-5}	9.27×10^{-5}	5.83×10^{-5}	8.70×10^{-5}	5.45×10^{-5}
S _R	1.47×10^{-4}	1.11×10^{-4}	1.46×10^{-4}	1.07×10^{-4}	1.44×10^{-4}
r	0.00014	0.00026	0.00016	0.00025	0.00015
R	0.00042	0.00031	0.00041	0.00030	0.00041

11、As 数据统计

11.1 各实验室实验数据

表 A.61 各实验室 As 原始测定数据 (%)

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
-----	------	------	------	------	------

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1 国标检验	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00199
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00198
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00191
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00191
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00193
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00197
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00199
2 国合青岛	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00201
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00203
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00198
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00194
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00201
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00197
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00199
3 昆明冶金	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00193
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.0019
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00203
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00191
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00205
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00193
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00205
4 中铝郑州	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.0022
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00218
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00205
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00207
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00203
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00205
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00215
5 广州有色	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00227
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00236
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00194
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.0022
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00233
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.0021
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00228
6 岛津	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00214
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00214
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00216

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00218
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00217
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00214
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00218

表 A.62 各实验室 A_s 的平均值 (%)

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1 国标检验	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00195
2 国合青岛	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00199
3 昆明冶金	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00197
4 中铝郑州	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00210
5 广州有色	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00221
6 岛津	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00216

表 A.63 各实验室 A_s 的标准偏差

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1 国标检验	/	/	/	/	0.000036
2 国合青岛	/	/	/	/	0.000030
3 昆明冶金	/	/	/	/	0.000068
4 中铝郑州	/	/	/	/	0.000070
5 广州有色	/	/	/	/	0.000147
6 岛津	/	/	/	/	0.000019

11.2 一致性和离群值的检查

11.2.1 柯克伦检验

按柯克伦检验统计量计算结果如表 A.64。

表 A.64 A_s 的柯克伦检验

实验室 i	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
S_{max} 实验室	/	/	/	/	5
S_{max} 值	/	/	/	/	0.000147
ΣS^2	/	/	/	/	3.39E-08
C	/	/	/	/	0.641
离群值 (Y/N)	/	/	/	/	Y
歧离值 (Y/N)	/	/	/	/	N
C 临界	实验室数 $p=6, n=7$ 时, 科克伦检验 5% 临界值为 0.4184, 1% 临界值为 0.4866。 实验室数 $p=5, n=7$ 时, 科克伦检验 5% 临界值为 0.4783, 1% 临界值为 0.5531。				

柯克伦检验的结果表明, 实验室 5 的水平 5 为离群值, 删除后计算, 无离群值。

11.2.2 格拉布斯检验

表 A.65 As 的格拉布斯检验

统计量	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
均值的平均值	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00204
均值的标准差	/	/	/	/	0.000090
最大均值	/	/	/	/	0.00216
最小均值	/	/	/	/	0.00195
G _{max}	/	/	/	/	1.360
G _{min}	/	/	/	/	0.901
G 临界值	实验室数 p=5 时, G 临界值: 上 1%点时为 1.764; 上 5%点时为 1.715。				

格拉布斯检验显示, 无可疑值。

11.2.3 S_r、S_R、r 与 R 的计算

表 A.66 As 的精密度计算数据

	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
总平均值	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00203
T1	/	/	/	/	0.0710
T2	/	/	/	/	0.00014
T3	/	/	/	/	35
T4	/	/	/	/	245
T5	/	/	/	/	7.31×10 ⁻⁸
P	/	/	/	/	5
S _r ²	/	/	/	/	2.44×10 ⁻⁹
S _L ²	/	/	/	/	1.01×10 ⁻⁸
S _R ²	/	/	/	/	1.25×10 ⁻⁸
S _r	/	/	/	/	4.94×10 ⁻⁵
S _R	/	/	/	/	0.00011
r	/	/	/	/	0.00014
R	/	/	/	/	0.00032

12、 Cd 数据统计

12.1 各实验室实验数据

表 A.67 各实验室 Cd 原始测定数据 (%)

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1 国标检验	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00197
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00196
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00198
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00197
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00196
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00195
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00197

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
2 国合青岛	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00191
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00193
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00189
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00192
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00193
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00191
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00193
3 昆明冶金	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00175
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00179
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.002
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00204
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00171
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00201
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00181
4 中铝郑州	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00187
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00182
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.0019
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00192
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00192
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00195
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00193
5 广州有色	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00195
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00203
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00194
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00235
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00214
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00211
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00205
6 岛津	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00195
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00196
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00198
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00198
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00197
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00197
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00197

表 A.68 各实验室 Cd 的平均值 (%)

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1 国标检验	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00195
2 国合青岛	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00199
3 昆明冶金	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00197
4 中铝郑州	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00210
5 广州有色	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00221
6 岛津	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00216

表 A.69 各实验室 Cd 的标准偏差

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1 国标检验	/	/	/	/	0.00197
2 国合青岛	/	/	/	/	0.00192
3 昆明冶金	/	/	/	/	0.00187
4 中铝郑州	/	/	/	/	0.00190
5 广州有色	/	/	/	/	0.00208
6 岛津	/	/	/	/	0.00197

12.2 一致性和离群值的检查

12.2.1 柯克伦检验

按柯克伦检验统计量计算结果如表 A.70。

表 A.70 Cd 的柯克伦检验

实验室 i	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
S _{max} 实验室	/	/	/	/	5
S _{max} 值	/	/	/	/	0.000140
ΣS^2	/	/	/	/	1.96E-08
C	/	/	/	/	0.475
离群值 (Y/N)	/	/	/	/	N
歧离值 (Y/N)	/	/	/	/	Y
C 临界	实验室数 p=6, n=7 时, 科克伦检验 5% 临界值为 0.4184, 1% 临界值为 0.4866。				

柯克伦检验的结果表明, 实验室 5 的水平 5 为歧离值, 留用。

12.2.2 格拉布斯检验

表 A.71 Cd 的格拉布斯检验

统计量	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
均值的平均值	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00195
均值的标准差	/	/	/	/	0.000074
最大均值	/	/	/	/	0.00208
最小均值	/	/	/	/	0.00187
G _{max}	/	/	/	/	0.235
G _{min}	/	/	/	/	1.061
G 临界值	实验室数 p=6 时, G 临界值: 上 1% 点时为 1.973; 上 5% 点时为 1.887。				

格拉布斯检验显示，无可疑值。

12.2.3 S_r 、 S_R 、 r 与 R 的计算

表 A.72 Cd 的精密度计算数据

	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
总平均值	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00204
T1	/	/	/	/	0.0855
T2	/	/	/	/	0.00017
T3	/	/	/	/	42
T4	/	/	/	/	294
T5	/	/	/	/	2.47×10^{-7}
P	/	/	/	/	6
S_f^2	/	/	/	/	6.85×10^{-9}
S_L^2	/	/	/	/	7.84×10^{-9}
S_R^2	/	/	/	/	1.47×10^{-8}
S_r	/	/	/	/	8.28×10^{-5}
S_R	/	/	/	/	0.00012
r	/	/	/	/	0.00023
R	/	/	/	/	0.00034

13、 S_n 数据统计

13.1 各实验室实验数据

表 A.73 各实验室 S_n 原始测定数据 (%)

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1 国标检验	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00197
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00198
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00191
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00198
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00196
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00195
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00197
2 国合青岛	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00199
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00201
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00196
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00198
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00201
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00195
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00197
3 昆明冶金	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00204
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00204

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00207
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00201
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00205
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00207
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00196
4 中铝郑州	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00189
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00194
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00193
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00194
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00198
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00198
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00197
5 广州有色	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00214
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00229
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00204
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00204
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00215
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00209
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00210
6 岛津	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00200
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00204
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00209
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00211
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00214
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00218
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00218

表 A.74 各实验室 S_n 的平均值 (%)

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1 国标检验	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00196
2 国合青岛	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00198
3 昆明冶金	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00203
4 中铝郑州	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00195
5 广州有色	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00212
6 岛津	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00211

表 A.75 各实验室 S_n 的标准偏差

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1 国标检验	/	/	/	/	0.000024
2 国合青岛	/	/	/	/	0.000023
3 昆明冶金	/	/	/	/	0.000039
4 中铝郑州	/	/	/	/	0.000033
5 广州有色	/	/	/	/	0.000086
6 岛津	/	/	/	/	0.000068

13.2 一致性和离群值的检查

13.2.1 柯克伦检验

按柯克伦检验统计量计算结果如表 A.76。

表 A.76 S_n 的柯克伦检验

实验室 i	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
S_{max} 实验室	/	/	/	/	5
S_{max} 值	/	/	/	/	0.000086
ΣS^2	/	/	/	/	7.38E-09
C	/	/	/	/	0.469
离群值 (Y/N)	/	/	/	/	N
歧离值 (Y/N)	/	/	/	/	Y
C 临界	实验室数 $p=6, n=7$ 时, 科克伦检验 5% 临界值为 0.4184, 1% 临界值为 0.4866。				

柯克伦检验的结果表明, 实验室 5 的水平 5 为歧离值, 留用。

13.2.2 格拉布斯检验

表 A.77 S_n 的格拉布斯检验

统计量	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
均值的平均值	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00202
均值的标准差	/	/	/	/	0.000075
最大均值	/	/	/	/	0.00212
最小均值	/	/	/	/	0.00195
G_{max}	/	/	/	/	1.077
G_{min}	/	/	/	/	1.039
G 临界值	实验室数 $p=6$ 时, G 临界值: 上 1% 点时为 1.973; 上 5% 点时为 1.887。				

格拉布斯检验显示, 无可疑值。

13.2.3 S_r 、 S_R 、 r 与 R 的计算

表 A.78 S_n 的精密度计算数据

	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
总平均值	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00205
T1	/	/	/	/	0.0858
T2	/	/	/	/	0.00018
T3	/	/	/	/	42
T4	/	/	/	/	294

T5	/	/	/	/	9.45×10^{-8}
P	/	/	/	/	6
S_r^2	/	/	/	/	2.62×10^{-9}
S_L^2	/	/	/	/	9.44×10^{-9}
S_R^2	/	/	/	/	1.21×10^{-8}
S_r	/	/	/	/	5.12×10^{-5}
S_R	/	/	/	/	0.00011
r	/	/	/	/	0.00014
R	/	/	/	/	0.00031

14、 Hg 数据统计

14.1 各实验室实验数据

表 A.79 各实验室 Hg 原始测定数据 (%)

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1 国标检验	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00193
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00198
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.0019
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00198
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00197
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00195
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00196
2 国合青岛	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00196
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.0019
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.0019
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00186
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.0019
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00199
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00196
3 昆明冶金	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.002
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00194
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00201
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00198
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00195
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.0019
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00202
4 中铝郑州	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.0021
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00209
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00193
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.0019

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00196
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00198
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00205
5 广州有色	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00208
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00209
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00229
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00207
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00223
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00199
6 岛津	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00213
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00195
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00194
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00194
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00192
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00191
	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00191

表 A.80 各实验室 Hg 的平均值 (%)

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1 国标检验	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00195
2 国合青岛	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00192
3 昆明冶金	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00197
4 中铝郑州	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00200
5 广州有色	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00213
6 岛津	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00193

表 A.81 各实验室 Hg 的标准偏差

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1 国标检验	/	/	/	/	0.000029
2 国合青岛	/	/	/	/	0.000046
3 昆明冶金	/	/	/	/	0.000043
4 中铝郑州	/	/	/	/	0.000079
5 广州有色	/	/	/	/	0.000102
6 岛津	/	/	/	/	0.000017

14.2 一致性和离群值的检查

14.2.1 柯克伦检验

按柯克伦检验统计量计算结果如表 A.82。

表 A.82 Hg 的柯克伦检验

实验室 i	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
S _{max} 实验室	/	/	/	/	5
S _{max} 值	/	/	/	/	0.000102
ΣS ²	/	/	/	/	2.19E-08
C	/	/	/	/	0.478
离群值 (Y/N)	/	/	/	/	N
歧离值 (Y/N)	/	/	/	/	Y
C 临界	实验室数 p=6, n=7 时, 科克伦检验 5% 临界值为 0.4184, 1% 临界值为 0.4866。				

柯克伦检验的结果表明, 实验室 5 的水平 5 为歧离值, 留用。

14.2.2 格拉布斯检验

表 A.83 Hg 的格拉布斯检验

统计量	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
均值的平均值	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00198
均值的标准差	/	/	/	/	0.000075
最大均值	/	/	/	/	0.00213
最小均值	/	/	/	/	0.00192
G _{max}	/	/	/	/	0.237
G _{min}	/	/	/	/	0.786
G 临界值	实验室数 p=6 时, G 临界值: 上 1% 点时为 1.973; 上 5% 点时为 1.887。				

格拉布斯检验显示, 无可疑值。

14.2.3 S_r、S_R、r 与 R 的计算

表 A.84 Hg 的精密度计算数据

	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
总平均值	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00204
T1	/	/	/	/	0.0858
T2	/	/	/	/	0.00018
T3	/	/	/	/	42
T4	/	/	/	/	294
T5	/	/	/	/	1.31 × 10 ⁻⁷
P	/	/	/	/	6
S _r ²	/	/	/	/	3.65 × 10 ⁻⁹
S _L ²	/	/	/	/	9.43 × 10 ⁻⁹
S _R ²	/	/	/	/	1.31 × 10 ⁻⁸
S _r	/	/	/	/	6.04 × 10 ⁻⁵
S _R	/	/	/	/	0.00011
r	/	/	/	/	0.00017
R	/	/	/	/	0.00032

15、 Pb 数据统计

15.1 各实验室实验数据

表 A.85 各实验室 Pb 原始测定数据 (%)

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1 国标检验	0.00008	0.00149	0.00046	0.00251	0.00008
	0.00011	0.0015	0.00046	0.00251	0.00011
	0.0001	0.00151	0.00047	0.00258	0.0001
	0.00012	0.00152	0.00047	0.00255	0.00012
	0.00011	0.00145	0.00046	0.00259	0.00011
	0.00011	0.00149	0.00044	0.00257	0.00011
	0.0001	0.00146	0.00045	0.00259	0.0001
2 国合青岛	0.00008	0.00146	0.00045	0.00251	0.00008
	0.00011	0.00145	0.00045	0.00241	0.00009
	0.00009	0.00147	0.00046	0.00248	0.00008
	0.00012	0.00152	0.00047	0.00251	0.0001
	0.00009	0.00149	0.00046	0.00262	0.00009
	0.00008	0.00148	0.00045	0.00248	0.00011
	0.0001	0.00146	0.00045	0.00248	0.0001
3 昆明冶金	0.0001	0.00152	0.00047	0.00255	0.00013
	0.00006	0.00154	0.00049	0.00268	0.0001
	0.00011	0.00151	0.00046	0.00256	0.0001
	0.00006	0.00145	0.00045	0.00257	0.00009
	0.00012	0.00156	0.00049	0.00268	0.00011
	0.00007	0.0016	0.00047	0.0025	0.00007
	0.0001	0.00158	0.00047	0.00267	0.00012
4 中铝郑州	0.0001	0.00145	0.00045	0.00256	0.0001
	0.00011	0.00147	0.00042	0.00253	0.00011
	0.00012	0.0015	0.00043	0.00256	0.00012
	0.00009	0.00149	0.00045	0.00248	0.00009
	0.0001	0.00142	0.00047	0.00255	0.0001
	0.00013	0.00145	0.00045	0.00253	0.00013
	0.00012	0.0014	0.00043	0.00255	0.00012
5 广州有色	0.00018	0.00147	0.00045	0.00258	0.00009
	0.00021	0.00147	0.00045	0.00252	0.0001
	0.0002	0.00149	0.00048	0.00251	0.00012
	0.00022	0.00141	0.00046	0.00254	0.0001
	0.00021	0.0014	0.00047	0.00257	0.00011
	0.00021	0.00145	0.00045	0.00253	0.00011

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
	0.0002	0.00148	0.00047	0.0026	0.00011
6 岛津	<0.0001	0.00133	0.00046	0.00216	<0.0001
	<0.0001	0.00131	0.00046	0.00218	<0.0001
	<0.0001	0.00133	0.00047	0.00216	<0.0001
	<0.0001	0.00132	0.00047	0.00220	<0.0001
	<0.0001	0.00133	0.00046	0.00215	<0.0001
	<0.0001	0.00133	0.00044	0.00205	<0.0001
	<0.0001	0.00135	0.00045	0.00215	<0.0001

表 A.86 各实验室 Pb 的平均值 (%)

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1 国标检验	0.00010	0.00149	0.00046	0.00256	0.00010
2 国合青岛	0.00010	0.00148	0.00046	0.00250	0.00009
3 昆明冶金	0.00009	0.00154	0.00047	0.00260	0.00010
4 中铝郑州	0.00011	0.00145	0.00044	0.00254	0.00011
5 广州有色	0.00020	0.00145	0.00046	0.00255	0.00011
6 岛津	<0.0001	0.00133	0.00046	0.00215	<0.0001

表 A.87 各实验室 Pb 的标准偏差

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1 国标检验	0.000013	0.000025	0.000011	0.000035	0.000013
2 国合青岛	0.000015	0.000024	0.000008	0.000063	0.000011
3 昆明冶金	0.000025	0.000050	0.000015	0.000074	0.000020
4 中铝郑州	0.000014	0.000036	0.000017	0.000028	0.000014
5 广州有色	0.000013	0.000035	0.000012	0.000034	0.000010
6 岛津	/	0.000012	0.000011	0.000048	/

15.2 一致性和离群值的检查

15.2.1 柯克伦检验

按柯克伦检验统计量计算结果如表 A.88。

表 A.88 Pb 的柯克伦检验

实验室 i	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
S _{max} 实验室	3	3	4	3	3
S _{max} 值	0.000025	0.000050	0.000017	0.000074	0.000020
$\sum S^2$	1.37×10^{-9}	6.37×10^{-9}	9.43×10^{-10}	1.48×10^{-8}	9.71×10^{-10}
C	0.449	0.391	0.308	0.367	0.402
离群值 (Y/N)	N	N	N	N	N
歧离值 (Y/N)	N	N	N	N	N

C 临界	实验室数 p=6, n=7 时, 科克伦检验 5% 临界值为 0.4184, 1% 临界值为 0.4866。 实验室数 p=5, n=7 时, 科克伦检验 5% 临界值为 0.4783, 1% 临界值为 0.5531。
------	--

实验室 6 水平 1 和水平 5 给小于下限, 没有给实测值, 删去后计算。柯克伦检验的结果表明, 无离群值。

15.2.2 格拉布斯检验

表 A.89 Pb 的格拉布斯检验

统计量	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
均值的平均值	0.00012	0.00146	0.00046	0.00248	0.00010
均值的标准差	0.00005	0.00007	0.00001	0.00017	0.00001
最大均值	0.00020	0.00154	0.00047	0.00260	0.00011
最小均值	0.00009	0.00133	0.00044	0.00215	0.00009
G _{max}	1.762	1.162	1.442	0.716, 1.418	1.081
G _{min}	0.674	1.831	1.649	2.000, 1.356	1.622
G 临界值	实验室数 p=6 时, G 临界值: 上 1% 点时为 1.973; 上 5% 点时为 1.887。 实验室数 p=5 时, G 临界值: 上 1% 点时为 1.764; 上 5% 点时为 1.715。				

格拉布斯检验显示, 实验室 6 水平 4 为可疑值, 删去后计算, 无离群值。

15.2.3 S_r、S_R、r 与 R 的计算

表 A.90 Pb 的精密度计算数据

	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
总平均值	0.00012	0.00146	0.00046	0.00248	0.00010
T1	0.0042	0.0611	0.0192	0.0892	0.0036
T2	5.72×10^{-7}	8.92×10^{-5}	8.82×10^{-6}	2.27×10^{-4}	3.73×10^{-7}
T3	35	42	42	42	35
T4	245	294	294	294	245
T5	8.20×10^{-9}	3.82×10^{-8}	5.66×10^{-9}	7.55×10^{-8}	5.83×10^{-9}
P	5	6	6	6	5
S _r ²	2.73×10^{-10}	1.06×10^{-9}	1.57×10^{-10}	2.52×10^{-9}	1.94×10^{-10}
S _L ²	2.22×10^{-9}	4.71×10^{-9}	6.30×10^{-11}	1.02×10^{-9}	1.24×10^{-11}
S _R ²	2.49×10^{-9}	5.77×10^{-9}	2.20×10^{-10}	3.53×10^{-9}	2.07×10^{-10}
S _r	1.65×10^{-5}	3.26×10^{-5}	1.25×10^{-5}	5.02×10^{-5}	1.39×10^{-5}
S _R	4.99×10^{-5}	7.59×10^{-5}	1.48×10^{-5}	5.94×10^{-5}	1.44×10^{-5}
r	0.00005	0.00009	0.00004	0.00014	0.00004
R	0.00014	0.00021	0.00004	0.00017	0.00004

国标 (北京) 检验认证有限公司

项目编制组

2023 年 11 月