202×-××-××实施

202×-××-××发布

镨钕金属化学分析方法

碳、铁、钼、铝、硅和镨含量的测定

火花放电原子发射光谱法

Chemical analysis methods for Praseodymium -neodymium metal- Determination of carbon, iron, molybdenum, aluminum, silicon and praseodymium contents- spark discharge atomic emission spectrometry

（征求意见稿）

中华人民共和国稀土行业标准

ICS 77.120.99

H14

XB

XB/T XXXX—202X

**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。

本文件由全国稀土标准化技术委员会（SAC/TC 229）提出并归口。

本文件起草单位：钢研纳克检测技术股份有限公司、虔东稀土集团股份有限公司、包头瑞鑫稀土金属材料股份有限公司、乐山有研稀土新材料有限公司、钢研纳克江苏检测技术研究院有限公司、包头市三隆稀有金属材料有限责任公司、包头市中鑫安泰磁业有限公司。

本文件主要起草人：贾云海、史玉涛、张翘楚、温斌、朱晓婷、薛琪、颜浩、何成洋、金呈、周伟、王昊、靳宏霞。（人员名单和数量待确认）

1. 引 言

镨钕金属是生产冶炼和消耗量较大的一种稀土金属，主要应用于玻璃、陶瓷和磁性材料中。用镨钕金属代替纯钕金属制造永磁材料，其抗氧性能和机械性能得到了明显提高，可加工成各种形状的磁体。研究表明，镨钕金属中杂质含量及镨钕配分量与其下游稀土功能材料性能间有着密切的关系。因此建立镨钕金属中碳、铁、钼、铝、硅和镨含量快速测定方法的相关标准，是十分必要的。

本文件根据最新的标准化文件的结构和起草规则编写，通过多家实验室试验、验证，在标准中给出了覆盖测量范围的重复性限、再现性限以及正确度检验方法。

本文件的制订为行业内镨钕金属中碳、铁、钼、铝、硅和镨含量的测定提供了科学、规范、快速的分析测试方法，对于提高检测结果的可靠性和可比性、减少供应商和客户之间因检测误差造成的商业纠纷，助力镨钕金属火法冶炼产业发展具有十分重要的作用。

镨钕金属化学分析方法

碳、铁、钼、铝、硅和镨含量的测定

火花放电原子发射光谱法

1. 范围

本文件规定了用火花放电原子发射光谱法测定镨钕金属中的碳、铁、钼、铝、硅和镨含量的方法。

本文件适用于镨钕金属中碳、铁、钼、铝、硅和镨含量的快速分析，各元素测定范围见表1。

表1各元素测定范围

|  |  |
| --- | --- |
| 元素 | 测定范围a（质量分数）/% |
| C | 0.010~0.500 |
| Fe | 0.080~1.300 |
| Mo | 0.003~0.070 |
| Al | 0.005~0.200 |
| Si | 0.020~0.130 |
| Pr | 17.00~34.00 |
| a 规定的测量范围表示精密度试验研究过的范围，超出该范围可能也适用，但需要实验室对超出范围的测试进行验证。 | |

1. 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的，凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 12690.1 稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法 第1部分：碳、硫量的测定 高频-红外吸收法

GB/T 12690.5 稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法 第5部分：钴、锰、铅、镍、铜、锌、铝、铬、镁、镉、钒、铁量的测定

GB/T 12690.6 稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法 第6部分：铁量的测定 硫氰酸钾、1,10-二氮杂菲分光光度法

GB/T 12690.7 稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法 硅量的测定 钼蓝分光光度法

GB/T 12690.13 稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法 钼、钨量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法和电感耦合等离子体质谱法

GB/T 14203 火花放电原子发射光谱分析法通则

GB/T 20892 镨钕金属

GB/T 26417 镨钕合金及其化合物化学分析方法 稀土配分量的测定

GB/T 6379.1 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第1部分：总则与定义

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. 方法提要

将制备好的块状样品在火花光源的作用下与对电极之间发生放电，在高温和惰性气氛中产生等离子体。被测元素原子被激发至高能态，当由高能级向低能级跃迁时产生特征谱线，测量选定的分析元素和内标元素特征谱线的光谱强度。根据样品中被测元素谱线强度（或与内标元素的强度比）与含量（或与内标元素的含量比）的关系，通过校准曲线计算被测元素的含量。

1. 试剂和材料
   1. 标准样品

标准样品用于绘制校准曲线，其化学性质和组织结构应与分析样品相近似，应涵盖分析元素的含量范围，并保持适当的梯度，分析元素的含量系用准确可靠的方法定值，应优先选用有证标准样品。

无市售标准样品或标准样品含量范围无法满足本文件要求时，可用一系列具有一定含量梯度且均匀度检验合格的样品由三家及以上有第三方检验资质的实验室采用化学法定值作为质控样品。推荐采用GB/T 12690.1、GB/T 12690.5、GB/T 12690.6、GB/T 12690.7、GB/T 12690.13和GB/T 26417等国家标准方法进行定值，所得结果剔除异常值后以各家测定结果的平均值作为质控样品的参考值。

* 1. 标准化样品

由于仪器漂移将导致测定结果的偏离，为直接利用原始校准曲线，求出准确结果，应在合理的周期内对仪器进行标准化。漂移校正用标准化样品应保证均匀，其化学组成及冶金铸造过程与分析试样基本一致，可以从有证标准样品（5.1）中选出，也可使用质控样品（5.3）。当使用两点标准化时，其含量分别取每个元素校准曲线上限和下限附近的含量。

* 1. 质控样品

具有准确定值的且与待测试样具有相似基体、相近组织结构和化学成分的质量控制样品。

* 1. 激发保护气

氩气，纯度不小于99.999%（体积分数），否则应使用气体净化装置。尤其要控制氩气中氧、碳氢化合物和水分等杂质的含量。

* 1. 制样保护气

工业级惰性气体（如氮气、二氧化碳、氩气等）。

* 1. 砂带

1. 仪器设备
   1. 火花放电原子发射光谱仪

光谱仪焦距为0.4 m～1.0 m，波长范围为130.0 nm～450.0 nm，分光室的真空度应在3 Pa以下，或充高纯惰性气体（气体纯度不低于99.999%），防止分析谱线被杂质气体吸收。

推荐使用直径为4 mm～7 mm，顶端加工成30°～120°的圆锥型钨电极。

从激发室中排出的废气烟尘可能对人产生影响，仪器应装有过滤排气装置并定期进行清洁或更换。

* 1. 砂带研磨机或铣床

1. 样品
   1. 样品要求

样品应足够覆盖火花台激发孔，通常要求样品直径大于16mm，厚度大于2mm。样品分析面应洁净、平整，呈现金属光泽，无氧化、气孔、夹杂和裂纹，抛纹清晰一致，样品不得过热（不超过40℃）。

* 1. 制样条件

研磨设备可采用砂带研磨机或铣床。研磨材料有氧化铝、氧化锆和碳化硅等。研磨材料的粒度直径通常为0.425mm~0.180mm（40目~80目）。采用铣床加工时，推荐采用进给速度60mm/min，铣床转速270r/min。采用其他条件时，实验室需进行验证。

制样过程中产生的镨钕金属屑易于燃烧，制样过程中推荐采用惰性气体进行保护。

质控样品和分析样品应在同一条件下制备。

1. 校准和校正方法
   1. 校准曲线法

在所选定的工作条件下，激发一系列标准样品，原则上使用5个水平以上的样品，每个样品至少激发3次，绘制分析元素的发光强度（或与内标元素强度比）与含量（或与内标元素含量比）的关系曲线作为校准曲线。使用该校准曲线，测量样品中的元素含量。

* 1. 原始校准曲线法

原始校准曲线法是当光谱仪器因温度、湿度、震动等因素导致谱线产生位移，或因发光强度变化导致校准曲线发生漂移时，通过标准化样品对校准曲线的漂移进行整体标准化修正，使修正后的元素强度恢复到最初建立校准曲线时强度的方法。

* 1. 质控样品法

质控样品法又称为类型标准化。由于分析样品与绘制校准曲线的标准样品可能存在冶炼工艺过程和组织结构的差异，而使分析样品的测量值产生偏倚。为避免这种差异造成的影响，通常使用与分析样品的冶金工艺过程和组织结构相似、分析元素含量相近的质控样品，用于控制分析样品的分析结果。

在日常分析时，在同样的工作条件下，同步分析质控样品与分析样品，利用质控样品的分析结果与其参考值之间的偏差对分析样品的分析结果进行修正。

1. 分析步骤
   1. 预激发

分析工作前，检查仪器工作参数，并激发一块样品2次~5次，确认仪器处于正常工作状态。

* 1. 设置分析程序

根据仪器及待测元素选择分析线、内标线及分析条件。推荐的分析线与内标线见附录A。推荐分析条件见表2。

表2 推荐分析条件

|  |  |
| --- | --- |
| 项目 | 内容 |
| 分析间隙/mm | 3 ~6 |
| 氩气流量/L/min | 冲洗：3 ~15  积分：1.5 ~10  恒流：0.05 ~1 |
| 预燃时间/s | 5 ~12 |
| 积分时间/s | 5~12 |
| 放电形式 | 预燃期高能量放电，积分期低能放电。 |

* 1. 校准和校正

9.3.1当采用校准曲线法时，绘制校准曲线。

9.3.2若采用原始校准曲线法，定期应用标准化样品对仪器进行漂移校正，校正的间隔时间取决于仪器的稳定性。

9.3.3当采用质控样品法时，样品分析前可使用结构相同、成分相近的质控样品对待测样品进行类型标准化校正。激发质控样品2次以上，在满足第12章规定的测量精密度的基础上，用其平均值进行类型标准化系数计算。质控样品校正周期取决于仪器的稳定性。

* 1. 试样分析

9.4.1在选定的分析程序激发待测样品，每个样品至少激发2次，按第12章的要求判断测量结果的精密度，并确定最终报告结果。

9.4.2 试样激发点距试样边缘要有一定距离，激发点不应重叠。

9.4.3 试样表面的融熔物容易附在电极上，这种融熔物会改变电极间隙和电极锥度，影响分析结果。所以，每次激发后，都要使用金属刷清扫电极。

1. 结果表示

测定结果以质量分数表示，按照GB/T 8170 将分析结果修约到产品标准规定的位数。

1. 精密度

本方法的精密度试验是由7个实验室对6~9个样品中6个元素进行测定，按照 GB/T 6379.1规定的重复性条件，每个实验室对每个水平的元素含量测定11次，按照GB/T 6379.2进行统计处理。精密度试验所用样品和试验结果列于附录B中。

重复性限r和再现性限R按表3给出的方程求得。

在重复性条件下，获得的2次独立测量结果的绝对差不大于重复性限（r），以大于重复性限（r）的情况不超过5%为前提。

在再现性条件下，获得的2次独立测量结果的绝对差不大于再现性限（R），以大于再现性限（R）的情况不超过5%为前提。

表3 精密度数据

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 含量范围（质量分数）/% | 重复性限 /% | 再现性限 /% |
| C | 0.010~0.500 | r=0.0013+0.0266m | lgR=-1.5264+0.3637lgm |
| Fe | 0.080~1.300 | lgr=-1.2677+1.0466lgm | lgR=-1.0019+0.7672lgm |
| Mo | 0.003~0.070 | r=0.0011+0.0614m | R=0.0027+0.1272m |
| Al | 0.005~0.200 | r=0.0010+0.0319m | lgR=-1.4073+0.4968lgm |
| Si | 0.020~0.130 | lgr=-1.7449+0.7878lgm | lgR=-1.2361+0.9576lgm |
| Pr | 17.00~34.00 | 0.15 | 0.36 |

1. 测量结果的精密度检验

在重复性条件下获得的独立测量结果的精密度检验流程如图1所示。

如果两个独立测量结果的绝对差不大于r，可接受这两个测量结果，最终报告结果为两个独立测量结果的算术平均值；如果两个独立测量结果的绝对差大于r，实验室应再测量一个或两个结果。

若3个独立测量结果的极差不大于1.2r，取3个独立测量结果的平均值作为最终报告结果；若极差大于1.2r，可取3个测量结果的中位值作为最终报告结果，也可再测量一个结果。

若4个独立测量结果的极差不大于1.3r，取4个独立测量结果的平均值作为最终报告结果；若极差大于1.3r，取4个独立测量结果的中位值作为最终报告结果。

1. 测量结果的正确度检验

在重复性条件下，一个实验室测量标准样品，得到了n次独立测量结果，其算术平均值与认定值 进行比较。在95%的概率水平下，不大于临界差CD0.95，按公式（1）计算：

(1)

当标准样品的扩展不确定度U不可忽略时，不超过临界差C，按公式（2）计算：

(2)

本文件中各被测元素不同含量段的重复性限r、再现性限R、10次测量标准偏差s的上限值以及平均值与认定值的临界差CD0.95列于附录C表C.1~表C.6中。

1. 质量保证和控制

每4~8小时用标准样品或质控样品(如有国家级或行业级标样时,应首先使用)按照第12、13章方法检验本方法的有效性。当过程失控时，应找出原因，纠正错误，重新进行校核。

1. 试验报告

试验报告应当包括下列内容：

图1 测量结果的精密度检验流程图

两个独立测量结果

再测一个结果x3

再测一个结果x4

否

是

(x1+x2)/2

为最终报告结果

是

(x1+x2+x3)/3

为最终报告结果

是

(x1+x2+x3+x4)/4

为最终报告结果

否

x(2)

为最终报告结果

其中x(1)、 x(2) 、x(3) 、x(4)为顺序排列的测量结果

否

(x(2)+x(3))/2

为最终报告结果

a） 识别样品、实验室和试验日期所需的全部资料；

b） 引用标准；

c） 分析结果及其表示；

d） 与分析步骤的差异；

e） 测定中发现的异常现象；

f） 对结果可能已产生影响的本文件中未作规定的各种操作或任选的操作。

**附录A**

**（资料性附录）**

**分析线和内标线**

推荐的分析线和内标线见表A.1。

表A.1推荐的分析线和内标线

|  |  |
| --- | --- |
| 元素 | 波长/nm |
| C | 193.1 |
| Fe | 239.6  238.2 |
| Mo | 281.6 |
| Al | 396.2 |
| Si | 288.2 |
| Pr | 397.2  405.7 |
| Nd | 193.2（内标线）  193.7（内标线）  242.8（内标线）  275.8（内标线）  289.3（内标线）  311.6（内标线）  395.4（内标线）  394.2（内标线）  406.0（内标线） |

**附录B**

**（资料性附录）**

**精密度实验附加信息**

2024年由7个实验室对 C、Fe、Mo、Al、Si、Pr 6个元素的6~9个含量水平进行协同实验，每家实验室对每个水平连续测定11次。所用样品及实验室间共同试验结果列于表 B.1~表 B.6中。

表B.1 C的实验室间试验所得结果 %

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品 | 参考值 | 总平均值 | 重复性限r | 再现性限R |
| 9# | 0.011 | 0.010 | 0.002 | 0.010 |
| 503 | 0.016 | 0.014 | 0.002 | 0.007 |
| PNMo-8 | 0.021 | 0.020 | 0.002 | 0.005 |
| PNMo-9 | 0.023 | 0.022 | 0.002 | 0.006 |
| 19# | 0.034 | 0.039 | 0.004 | 0.010 |
| 502 | 0.035 | 0.033 | 0.002 | 0.007 |
| 539 | 0.086 | 0.088 | 0.004 | 0.011 |
| 2-1 | 0.159 | 0.153 | 0.005 | 0.019 |
| 9-200 | 0.473 | 0.470 | 0.015 | 0.023 |

表B.2 Fe的实验室间试验所得结果 %

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品 | 参考值 | 总平均值 | 重复性限r | 再现性限R |
| 9# | 0.090 | 0.081 | 0.003 | 0.026 |
| PNMo-9 | 0.288 | 0.265 | 0.013 | 0.032 |
| 19# | 0.325 | 0.298 | 0.017 | 0.040 |
| 502 | 0.345 | 0.306 | 0.017 | 0.047 |
| 539 | 0.275 | 0.239 | 0.011 | 0.043 |
| 2-1 | 1.083 | 1.041 | 0.051 | 0.108 |
| 9-200 | 1.261 | 1.249 | 0.072 | 0.124 |

表B.3 Mo的实验室间试验所得结果 %

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品 | 参考值 | 总平均值 | 重复性限r | 再现性限R |
| 503 | 0.006 | 0.008 | 0.002 | 0.004 |
| PNMo-8 | 0.061 | 0.059 | 0.007 | 0.013 |
| PNMo-9 | 0.064 | 0.064 | 0.005 | 0.012 |
| 502 | 0.015 | 0.016 | 0.002 | 0.004 |
| 539 | 0.026 | 0.025 | 0.003 | 0.005 |
| 9-200 | 0.0009 | 0.0028 | 0.0015 | 0.0037 |

表B.4 Al的实验室间试验所得结果 %

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品 | 参考值 | 总平均值 | 重复性限r | 再现性限R |
| 9# | 0.021 | 0.018 | 0.002 | 0.004 |
| 503 | 0.067 | 0.066 | 0.003 | 0.011 |
| PNMo-8 | 0.015 | 0.017 | 0.001 | 0.003 |
| PNMo-9 | 0.030 | 0.031 | 0.002 | 0.004 |
| 19# | 0.177 | 0.179 | 0.007 | 0.017 |
| 502 | 0.036 | 0.037 | 0.003 | 0.008 |
| 539 | 0.060 | 0.053 | 0.003 | 0.012 |
| 2-1 | 0.008 | 0.005 | 0.001 | 0.005 |
| 9-200 | 0.026 | 0.032 | 0.002 | 0.014 |

表B.5 Si的实验室间试验所得结果 %

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品 | 参考值 | 总平均值 | 重复性限r | 再现性限R |
| 9# | 0.018 | 0.019 | 0.001 | 0.002 |
| 503 | 0.075 | 0.078 | 0.003 | 0.003 |
| PNMo-8 | 0.018 | 0.020 | 0.001 | 0.002 |
| 19# | 0.138 | 0.135 | 0.004 | 0.022 |
| 9-200 | 0.036 | 0.034 | 0.001 | 0.002 |

表B.6 Pr的实验室间试验所得结果 %

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品 | 参考值 | 总平均值 | 重复性限r | 再现性限R |
| 9# | 16.890 | 16.991 | 0.130 | 0.379 |
| 503 | 23.485 | 23.624 | 0.104 | 0.303 |
| PNMo-8 | 23.725 | 23.775 | 0.186 | 0.319 |
| PNMo-9 | 24.114 | 24.135 | 0.140 | 0.267 |
| 19# | 25.725 | 25.619 | 0.119 | 0.325 |
| 502 | 23.420 | 23.711 | 0.132 | 0.508 |
| 539 | 18.798 | 18.819 | 0.146 | 0.257 |
| 9-200 | 33.203 | 33.244 | 0.202 | 0.491 |

**附录C**

**（资料性附录）**

**与精密度和正确度有关的数据**

各被测元素不同含量的重复性限r、再现性限R、10次测量标准偏差s的上限值以及平均值与认定值的临界差CD0.95列于附录C表C.1~表C.6中。

**表C.1 C的重复性限、再现性限、标准偏差上限值和临界差 %**

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 质量分数 | 重复性限  r  （n=2） | 重复性限  1.2r  （n=3） | 重复性限  1.3r  （n=4） | 再现性限  R  （n=2） | 标准偏差上限值s  （n=10） | 临界差  *CD0.95*（n=2） |
| 0.0100 | 0.0016 | 0.0019 | 0.0020 | 0.0056 | 0.0008 | 0.0039 |
| 0.0200 | 0.0018 | 0.0022 | 0.0024 | 0.0072 | 0.0009 | 0.0050 |
| 0.050 | 0.003 | 0.003 | 0.003 | 0.010 | 0.001 | 0.007 |
| 0.100 | 0.004 | 0.005 | 0.005 | 0.013 | 0.002 | 0.009 |
| 0.200 | 0.007 | 0.008 | 0.009 | 0.017 | 0.003 | 0.011 |
| 0.300 | 0.009 | 0.011 | 0.012 | 0.019 | 0.005 | 0.013 |
| 0.500 | 0.015 | 0.018 | 0.019 | 0.023 | 0.007 | 0.015 |

**表C.2 Fe的重复性限、再现性限、标准偏差上限值和临界差 %**

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 质量分数 | 重复性限  r  （n=2） | 重复性限  1.2r  （n=3） | 重复性限  1.3r  （n=4） | 再现性限  R  （n=2） | 标准偏差上限值s  （n=10） | 临界差  *CD0.95*（n=2） |
| 0.080 | 0.003 | 0.004 | 0.004 | 0.024 | 0.002 | 0.017 |
| 0.150 | 0.007 | 0.008 | 0.009 | 0.030 | 0.004 | 0.021 |
| 0.300 | 0.015 | 0.018 | 0.020 | 0.042 | 0.008 | 0.029 |
| 0.500 | 0.026 | 0.031 | 0.034 | 0.058 | 0.013 | 0.039 |
| 0.700 | 0.037 | 0.044 | 0.048 | 0.075 | 0.018 | 0.050 |
| 1.00 | 0.05 | 0.06 | 0.07 | 0.10 | 0.03 | 0.07 |
| 1.20 | 0.06 | 0.08 | 0.08 | 0.12 | 0.03 | 0.08 |
| 1.30 | 0.07 | 0.08 | 0.09 | 0.12 | 0.03 | 0.08 |

**表C.3 Mo的重复性限、再现性限、标准偏差上限值和临界差 %**

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 质量分数 | 重复性限  r  （n=2） | 重复性限  1.2r  （n=3） | 重复性限  1.3r  （n=4） | 再现性限  R  （n=2） | 标准偏差上限值s  （n=10） | 临界差  *CD0.95*（n=2） |
| 0.0030 | 0.0013 | 0.0015 | 0.0017 | 0.0031 | 0.0006 | 0.0021 |
| 0.0100 | 0.0017 | 0.0021 | 0.0022 | 0.0040 | 0.0009 | 0.0027 |
| 0.0200 | 0.0023 | 0.0028 | 0.0030 | 0.0052 | 0.0012 | 0.0035 |
| 0.0300 | 0.0029 | 0.0035 | 0.0038 | 0.0065 | 0.0015 | 0.0044 |
| 0.0400 | 0.0036 | 0.0043 | 0.0046 | 0.0078 | 0.0018 | 0.0052 |
| 0.050 | 0.004 | 0.005 | 0.005 | 0.009 | 0.002 | 0.006 |
| 0.070 | 0.005 | 0.006 | 0.007 | 0.012 | 0.003 | 0.008 |

**表C.4 Al的重复性限、再现性限、标准偏差上限值和临界差 %**

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 质量分数 | 重复性限  r  （n=2） | 重复性限  1.2r  （n=3） | 重复性限  1.3r  （n=4） | 再现性限  R  （n=2） | 标准偏差上限值s  （n=10） | 临界差  *CD0.95*（n=2） |
| 0.0050 | 0.0012 | 0.0014 | 0.0015 | 0.0028 | 0.0006 | 0.0019 |
| 0.0100 | 0.0013 | 0.0016 | 0.0017 | 0.0040 | 0.0007 | 0.0027 |
| 0.0300 | 0.0020 | 0.0023 | 0.0025 | 0.0069 | 0.0010 | 0.0047 |
| 0.050 | 0.003 | 0.003 | 0.003 | 0.009 | 0.001 | 0.006 |
| 0.080 | 0.004 | 0.004 | 0.005 | 0.011 | 0.002 | 0.008 |
| 0.100 | 0.004 | 0.005 | 0.005 | 0.012 | 0.002 | 0.009 |
| 0.150 | 0.006 | 0.007 | 0.008 | 0.015 | 0.003 | 0.010 |
| 0.200 | 0.007 | 0.009 | 0.010 | 0.018 | 0.004 | 0.012 |

**表C.5 Si的重复性限、再现性限、标准偏差上限值和临界差 %**

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 质量分数 | 重复性限  r  （n=2） | 重复性限  1.2r  （n=3） | 重复性限  1.3r  （n=4） | 再现性限  R  （n=2） | 标准偏差上限值s  （n=10） | 临界差  *CD0.95*（n=2） |
| 0.0200 | 0.0008 | 0.0010 | 0.0010 | 0.0017 | 0.0004 | 0.0011 |
| 0.0300 | 0.0011 | 0.0013 | 0.0014 | 0.0026 | 0.0006 | 0.0017 |
| 0.050 | 0.0017 | 0.0020 | 0.0022 | 0.0043 | 0.0008 | 0.0029 |
| 0.080 | 0.0025 | 0.0029 | 0.0032 | 0.0069 | 0.0012 | 0.0047 |
| 0.100 | 0.0029 | 0.0035 | 0.0038 | 0.0087 | 0.0015 | 0.0059 |
| 0.130 | 0.0036 | 0.0044 | 0.0047 | 0.0113 | 0.0018 | 0.0078 |

**表C.6 Pr的重复性限、再现性限、标准偏差上限值和临界差 %**

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 质量分数 | 重复性限  r  （n=2） | 重复性限  1.2r  （n=3） | 重复性限  1.3r  （n=4） | 再现性限  R  （n=2） | 标准偏差上限值s  （n=10） | 临界差  *CD0.95*（n=2） |
| 17.00~34.00 | 0.15 | 0.18 | 0.20 | 0.37 | 0.08 | 0.25 |

———————————————