稀土精矿化学分析方法

第8部分：稀土氧化物量和配分量的测定

编制说明

中国北方稀土高科技股份有限公司

包头稀土研究院

2024年8月

《稀土精矿化学分析方法 第8部分：稀土氧化物量和配分量的测定

编制说明（送审）

一 工作简况

1 任务来源

根据2024年2月4日全国稀土标准化技术委员会下发《关于印发<稀土复合钇锆陶瓷粉>等24项国家、行业标准计划任务落实会议纪要的通知》要求（稀土标委[2024]6号），国家标准《稀土精矿化学分析方法 第8部分：稀土氧化物量和配分量的测定》修订工作由全国稀土标准化技术委员会归口（项目计划编号：20231301-T-469），项目周期16个月。国家标准《稀土精矿化学分析方法 第8部分：稀土氧化物量和配分量的测定 方法1：十五个稀土元素氧化物配分量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》修订工作由中国北方稀土高科技股份有限公司负责推进，国家标准《稀土精矿化学分析方法 第8部分：稀土氧化物量和配分量的测定 方法2：稀土氧化物量的测定 X射线荧光光谱法》修订工作由包头稀土研究院负责推进。基于项目论证期间专家建议及生产、科研情况调研需求，本次修订增加了“X射线荧光光谱法测定稀土氧化物量”，调整稀土氧化物量的测定范围，将氧化镨、氧化钕由1.00 %-10.00 %修改为1.00 %-20.00 %，氧化钐、氧化铕、氧化钆、氧化铽、氧化镝、氧化钬、氧化铒、氧化铥、氧化镱、氧化镥、氧化钇由0.10 %-10.00 %修改为0.050 %-10.00 %。

2 项目编制组简况

2.1 编制组成员单位

方法1编制组由中国北方稀土高科技股份有限公司、虔东稀土集团股份有限公司、湖南稀土金属材料研究院有限责任公司、厦门稀土材料研究室、国家钨与稀土质量检验检测中心、国标（北京）检验认证股份有限公司等6家单位组成。本项目组起草人员长期从事化学分析检测工作，多次参与国家、行业标准的制修订工作，能够保证本项目计划的顺利完成。

方法2编制组由包头稀土研究院、虔东稀土集团股份有限公司、湖南稀土金属材料研究院有限责任公司、赣州艾科锐检测技术有限公司、国家钨与稀土质量检验检测中心、国标(北京)检验认证有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司共7家单位共同编制。

2.2 成员单位基本情况

中国北方稀土高科技股份有限公司(以下简称北方稀土)：中国北方稀土（集团）高科技股份有限公司中初建 于1961年，是世界最大的稀土生产、科研和贸易基地，是我国稀土行业第一家上市公司。其“白云鄂博”牌商标、“物华”牌商标为国家驰名商标，并在美国、日本等国家完成注册。2012年被评为“内蒙古自治区主席质量奖”。公司主要生产经营稀土原料产品（稀土盐类、稀土氧化物及稀土金属）、稀土功能材料产品（稀土磁性材料、抛光材料、贮氢材料、发光材料、催化材料）和部分稀土应用产品（镍氢动力电池、稀土永磁磁共振仪、LED灯珠）。经过50多年的发展，北方稀土已拥有近40家包括直属厂（分公司）、全资、控股、参股公司，分布全国10个省（市）自治区，拥有稀土冶炼、功能材料、深加工应用产品的完整产业链，是跨地区、跨所有制、多领域的高科技企业集团。多年来，北方稀土坚持“做精做细稀土原料，做强做优稀土材料，做大下游终端应用产品”的发展思路，可生产各类稀土产品11个大类、50余种、近千个规格。目前，公司冶炼分离产能8万吨/年、稀土金属产能1万吨/年，稀土原料产能位居全球第一；稀土功能材料中磁性材料合金3万吨/年，产能居全球第一；抛光材料产能14000吨/年、贮氢合金3000吨/年，占据国内市场份额半数以上；发光材料1000吨/年。在稀土应用产品领域，已建成年产100台稀土永磁磁共振成像仪生产基地，混合汽车用圆形镍氢动力电池100万只/年能力，LED封装60亿颗/年。近年来，北方稀土下游产品销售收入占比逐年增加，稀土功能材料及其延伸产品的销售收入占比超过30%，产业结构不断优化，初步构建起由规模速度型粗放增长向质量效益型集约增长转变的企业发展新模式。

包头稀土研究院是本项目负责起草单位，其成立于1963年，直属原冶金工业部。1992年进入包钢（集团）公司，是以稀土资源的综合开发、利用为宗旨，以稀土冶金、环境保护、新型稀土功能材料及在高新技术领域的应用、稀土提升传统产业的技术水平、稀土分析检测、稀土情报信息为研究重点的多专业、多学科的综合性研发机构。包头稀土研究院在标准修订过程中，负责提出标准修订的试验方案、试验报告，负责统一样品的制备与发放，汇总精密度数据，并进行数据处理，随后与其他标准参加单位共同形成标准征求意见稿，进行广泛的意见征集，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，协助稀土标准化技术委员会秘书处完成标准的报批工作。

虔东稀土集团股份有限公司（以下简称虔东集团）是本项目的一验单位。是一家专业从事稀土各类产品生产经营的民营企业。经过30年的快速发展，虔东集团由最初的金属冶炼企业发展成为一家集稀土基础材料、稀土功能材料、稀土应用产品开发和稀土加工装备制造为一体的稀土开发综合性企业集团，旗下拥有赣州科力稀土新材料有限公司、东利高技术、科瑞精密磁材、力赛科等10多家子公司和控股公司。公司已初步建立了完整的科研、试验、生产、检测体系和具有国内先进水平的稀土分离、稀土金属、稀土磁性材料、稀土结构陶瓷、稀土资源回收、稀土加工设备制造等生产线。主要生产稀土化合物、稀土金属、稀土合金、磁性材料、钇锆结构陶瓷和稀土深加工设备等60余种产品。公司自1988年创办以来，紧紧依靠科技进步，先后组织实施了国家“863计划”项目、国家“星火计划”项目、国家“火炬计划”项目、国家“重点新产品”项目、国家“创新基金计划”项目等70多个国家、省、市级新产品的研制和开发。虔东集团自2002年来一直致力于标准化工作研究，至今主持制修订了多项国、行标准：《钕铁硼废料》、《稀土复合钇锆粉》、《金属铈》、《镨钕氧化物》、《金属钐》、《钕铁硼废料化学分析方法》、《钕铁硼合金化学分析方法》、《稀土废渣废水化学分析方法》等等，参与了多项标准的起草及验证工作，在稀土标准的制修订方面，累积了丰富的经验。虔东稀土集团股份有限公司(以下简称虔东集团)，是一家专业从事稀土各类产品生产经营的民营企业。经过30年的快速发展，虔东集团由最初的金属冶炼企业发展成为一家集稀土基础材料、稀土功能材料、稀土应用产品开发和稀土加工装备制造为一体的稀土开发综合性企业集团，旗下拥有赣州科力稀土新材料有限公司、东利高技术、科瑞精密磁材、力赛科等10多家子公司和控股公司。公司已初步建立了完整的科研、试验、生产、检测体系和具有国内先进水平的稀土分离、稀土金属、稀土磁性材料、稀土结构陶瓷、稀土资源回收、稀土加工设备制造等生产线。主要生产稀土化合物、稀土金属、稀土合金、磁性材料、钇锆结构陶瓷和稀土深加工设备等60余种产品。公司自1988年创办以来，紧紧依靠科技进步，先后组织实施了国家“863计划”项目、国家“星火计划”项目、国家“火炬计划”项目、国家“重点新产品”项目、国家“创新基金计划”项目等70多个国家、省、市级新产品的研制和开发。虔东集团自2002年来一直致力于标准化工作研究，至今主持制修订了多项国、行标准：《钕铁硼废料》、《稀土复合钇锆粉》、《金属铈》、《镨钕氧化物》、《金属钐》、《钕铁硼废料化学分析方法》、《钕铁硼合金化学分析方法》、《稀土废渣废水化学分析方法》等等，参与了多项标准的起草及验证工作，在稀土标准的制修订方面，累积了丰富的经验。在标准起草期间，该单位按照试验报告提供的方法对公共样品进行了分析，完成验证提供验证报告及意见，同时提供了精密度数据。

湖南稀土金属材料研究院有限责任公司是本项目的一验单位。公司创建于1958年，属国务院242家转制科研院所之一，是国家“专精特新”小巨人企业、国家技术创新示范企业。2000年下放到湖南省，2004年7月1日由事业单位转制为科技型企业，2021年4月完成公司制改革，现隶属湖南省高新创业投资集团有限公司。是我国最早从事稀土材料应用研究开发的科研单位，同时也是有色军工稀土新材料研制开发的定点单位。公司在氧化钪与金属钪、铝钪中间合金，高纯中重稀土氧化物、稀土超细微粉、高纯稀土金属和合金型材(棒、片、粉、粒、丝、管、箔)、稀土储氢材料、六硼化镧阴极材料、稀土激光晶体材料、稀土磁致伸缩材料等方面研究处于国内领先水平。作为长期从事稀土材料开发应用单位，自创建以来湖南稀土院累计获得科研成果400余项、省部级以上科技成果奖励300多项、国家授权发明专利56件，牵头或参与制定并颁布实施的国家/行业标准70项，先后主持及参与了《六硼化镧化学分析方法》、《金属钪》、《氧化钪》、《六硼化镧》、《金属钇》、《铝钪中间合金》、《钕镁合金》、《氧化镨》、《钕镁合金化学分析方法》、《钇铝合金》、《独居石精矿》、《金属钇》、《镧铜合金》《稀土产品包装标志运输和贮存》等31项稀土标准的修制订工作。建设有工业产品（稀土冶炼与加工品）质量控制和技术评价湖南实验室等2个国家级创新平台，以及稀土功能材料湖南省重点实验室等5个省部级创新平台；承担了多项国家及省部级课题。在标准起草期间，该单位按照试验报告提供的方法对公共样品进行了分析，完成验证提供验证报告及意见，同时提供了精密度数据。

厦门稀土材料研究室（以下简称厦门稀土）：厦门稀土材料研究所又称中国科学院海西研究院厦门稀土材料研究中心，是中国科学院海西研究院的二级机构，作为首批福建省新型研发机构，已建有福建省稀土工程研究中心、福建省清洁核能燃料系统与材料联合创新重点实验室、厦门稀土光电功能材料重点实验室和厦门市重大科技创新公共服务平台等多个平台。该所技术支撑中心先后获得中国科学院、福建省及厦门市多项经费支持，现有设备60余台套，原值6000万元，已经具备了较完备的科研服务能力。同时针对社会需求，成立的中国科学院福建物质结构研究所厦门检验检测中心已通过国家认监委审核，获得国家级CMA资质认证资格，面向全社会提供有法律效力的测试服务。

国家钨与稀土质量检验检测中心（以下简称国家钨与稀土）：

国标（北京）检验认证股份有限公司：（以下简称国标检验）公司隶属于国合通用测试评价认证股份公司，运营管理着国家有色金属及电子材料分析测试中心和国家有色金属质量监督检验中心，拥有一支基础理论扎实、实践经验丰富的研究和服务队伍，自2004年至今共承担了国家科技支撑计划、国家863计划、国家自然科学基金、军工配套等省部级科技项目40余项；曾获国家科技进步奖6项，国家发明奖3项，省部级科技进步一等奖10项，二、三等奖107项；近5年获得国家发明专利20余项；负责和参加起草制订分析方法国家标准、行业标准300余项；国家标准物质/标准样品120个，在国内外科技期刊上发表论文800余篇，撰写论著22部。

赣州艾科锐检测技术有限公司、国家钨与稀土质量检验检测中心、国标(北京)检验认证有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司也是本项目的二验单位。上述单位按照试验报告提供的方法对公共样品进行了分析，提供了精密度数据。

2.3 主要工作成员及承担工作情况

本标准方法1主要起草人及承担工作情况见表1。本标准方法2主要起草人及承担工作情况见表2。

表1 主要起草人及承担工作情况

|  |  |
| --- | --- |
| 起草人 | 工作职责 |
| 薛建萍、都业俭 | 负责方法的起草及相应方法研究报告撰写，各阶段标准文本、编制说明的编写、数据统计及组织协调。 |
| 姜玉娟、孙二凤、刘志宏 | 协助完成方法的起草，协助完成精密度实验数据 |
| 王贵超、陈燕群、温斌、江媛、张春兰 | 作为一验，对标准方法条件实验进行了验证，并完成精密度数据 |
| 胡梦桥、张其凯、任晟 | 作为二验，提供验证方法的精密度数据 |

表2 主要起草人及承担工作情况

|  |  |
| --- | --- |
| 起草人 | 工作职责 |
| 吴文琪、聂成宏、任旭东 | 分别负责稀土精矿化学分析方法 第8部分：稀土氧化物量和配分量的测定 方法2：稀土氧化物量的测定 X射线荧光光谱法的起草及相应方法研究报告撰写、数据处理统计，推进各阶段标准文本、编制说明编写等工作。 |
| 温斌、石雪峰、黄晓日 | 作为一验，对分析方法条件实验进行验证，完成并提供精密度数据 |
| 于磊、陈荣 | 作为二验，提供验证方法的精密度数据 |

3 项目背景

3.1 必要性简述

稀土元素氧化物配分量是稀土精矿生产、贸易中最重要的计价指标，根据国标委《2021年全国标准化工作要点》和十四五发展规划“关于战略性矿产开发与利用”重点工作的要求，为了更好适应稀土行业变化，完善稀土矿产品分析测试技术和标准体系，建议根据新的行业和市场需求修订GB/T 18114.8《稀土精矿化学分析方法 第8部分：十五个稀土元素氧化物配分量的测定》，为稀土精矿产品的选冶工艺控制、贸易提供更好的技术保障。GB/T 18114.8-2010《稀土精矿化学分析方法 第8部分 十五个稀土元素氧化物配分量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法》于2008年开始修订，2011年1月14日发布，2011年11月1日开始实施，已经运行10年，在此期间XB/T 102-2017氟碳铈矿-独居石混合精矿、XB/T 103-2019氟碳铈镧矿精矿、XB/T 104-2015独居石精矿等产品标准已相继修订后发布实施，这些稀土精矿产品对稀土元素量和配分量仍然有严格的要求。随着分析检测技术的发展和标准物质（样品）体系的完善，X荧光光谱技术在稀土领域的应用不断进步，根据国标委《2021年全国标准化工作要点》和十四五发展规划“关于战略性矿产开发与利用”重点工作的要求，为了更好适应稀土行业变化，完善稀土矿产品分析测试技术和标准体系，根据新的行业和市场变化及需求，将旧标准中需要改进的地方进行修订。标准方法的修订将对稀土产品的市场行为提供产品质量参照，同时对国内、国外该类产品的质量提供一个可借鉴的标准参照。项目的研究具有一定的经济和广泛的社会效益。

3.2 可行性简述

方法1电感耦合等离子体发射光谱法具有检出限低、操作简单、快速、准确等优势，在稀土行业中广泛运用、历史悠久，分析技术已非常成熟。有利于在各类检测机构推广应用，对于促进我国稀土产品的生产和贸易具有重要意义。

方法2中的X荧光光谱法具有快捷、准确、稳定、可操作性强的特点，在稀土产品检测领域应用广泛，具备作为稀土精矿中氧化物分析方法开发研究的条件；X荧光光谱法测定范围宽、准确度高，在稀土废料回收、稀土功能材料生产等领域已制定成为国家标准、行业标准分析方法指导生产、贸易，优化样品熔融条件是方法研究的重点。针对稀土精矿中氧化物量的测定，开展X荧光光谱法，即能拓展现有标准的适用范围，又可丰富稀土精矿中氧化物定量分析途径，对我国标准体系的完善具有重要意义。

4 主要工作过程

4.1 预研

针对稀土精矿中不同梯度的氧化物量，包头稀土研究院经文献检索、标准查阅，分别制定了X荧光光谱法、电感耦合等离子体发射光谱法的研究方案并开展相关实验，初步形成相应分析方法。

4.2 立项

2023年6月，中国北方稀土高科技股份有限公司和包头稀土研究院向全国稀土标准化技术委员会秘书处提交《稀土精矿化学分析方法 第8部分：稀土氧化物量和配分量的测定》国家标准项目建议书、立项论证报告及草案等申报材料，经全国稀土标准化技术委员会专家论证成功立项并上报国标委备案。

2024年1月16日至1月18日全国稀土标准化技术委员会在珠海组织的2024年第一次稀土标准工作会，完成《稀土精矿化学分析方法》、《LED用稀土荧光粉试验方法》、《钕铁硼废料化学分析方法》等19项国家、行业标准计划的任务落实工作。其中《稀土精矿化学分析方法 第8部分：稀土氧化物量和配分量的测定 方法1：十五个稀土元素氧化物配分量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》由中国北方稀土高科技股份有限公司负责起草单位，虔东稀土集团股份有限公司、湖南稀土金属材料研究院有限责任公司为一验单位，厦门稀土材料研究室、国家钨与稀土质量检验检测中心、国标（北京）检验认证股份有限公司为二验单位。《稀土精矿化学分析方法 第8部分：稀土氧化物量和配分量的测定 方法2：稀土氧化物量的测定 X射线荧光光谱法》由包头稀土研究院负责起草单位，虔东稀土集团股份有限公司、湖南稀土金属材料研究院有限责任公司为一验单位，赣州艾科锐检测技术有限公司、国家钨与稀土质量检验检测中心、国标(北京)检验认证有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司也是本项目的为二验单位。会议确定了项目的时间进度安排，2025年3月召开审定会。

4.3 起草

4.3.1方法1

中国北方稀土高科技股份有限公司接受任务后，立即组织技术骨干成立了国家标准《稀土精矿化学分析方法 第8部分：稀土氧化物量和配分量的测定 方法1：十五个稀土元素氧化物配分量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》国家标准研发小组。

2024年3月1日前，完成统一样的筛选、合成。

2024年3月10日针对本方法进行了条件试验摸索，初步形成试验方法。

2024年3 月11日-4月10日，牵头起草单位准备好了试验用统一样品，开展了精密度、加标回收等试验，证明方法准确可靠。

2024年4 月11日-4月24日，牵头起草单位对实验数据进行整理，完成了分析方法研究报告的编写，并将样品和方法研究报告发给验证单位进行验证工作。同时邮寄稀土精矿统一样。

2024年4 月24日-6月10日，验证单位返回验证报告，研发小组汇总、处理验证数据，优化实验条件；期间，由于国标(北京)检验认证有限公司做不了独居石样品，因此在数据处理过程中研发小组未统计国标(北京)检验认证有限公司独居石结果。

在验证过程中，各验证单位提出的技术意见见表3。

表3 方法1电感耦合等离子体原子发射光谱验证单位意见汇总表

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 意见内容 | 提出单位 | 处理意见 | 备注 |
| 1 | 统一样独居石两根钐线的结果有差异，Sm360.949比Sm428.078结果高0.3%左右，而Sm428.078线的结果与起草单位的结果一致，故建议增加谱线Sm428.078； | 虔东稀土集团股份有限公司 | 采纳 | 验证可用 |
| 2 | 因谱线Tb332.440无法寻找到合适的背景扣除位置，故建议不扣除背景，因此统一样独居石中的铽结果比起草单位偏高一点 | 虔东稀土集团股份有限公司 | 采纳 | 重新调整 |
| 3 | Ce和Nd元素的标准曲线上限不能覆盖样品测定的浓度，建议Ce和Nd标准曲线最高点增大配置浓度。 | 国标（北京）检验认证有限公司 | 采纳 | Ce增加60，Nd增加20，代替Ce50，Nd10，其他不变。 |
| 4 | 碱熔处理样品溶解滤渣按方法描述采用硝酸加高氯酸无法溶解滤渣，经试验用浓盐酸加高氯酸可以很好的溶解滤渣 | 厦门稀土材料研究室 | 不采纳 | 在试验过程未出现不溶解情况。 |
| 5 | 在测试时用我们的设备测Pr时Nd会对410.070谱线产生较大干扰，我选用Pr440.021谱线，测试结果比较符合预期。 | 厦门稀土材料研究室 | 不采纳 | 两条谱线做的结果不一样，谱峰与验证单位不相同 |
| 6 | 预审稿中5试剂和材料 “符合GB/T6682规定的三级及以上蒸馏水或去离子水或纯度相当的水”中的“三级”修改为“二级” | 虔东稀土集团股份有限公司 | 采纳 | “三级”修改为“二级” |
| 7 | 预审稿中7.1 “样品的粒度应研磨至通过0.074mm筛”建议修改为“样品的粒度应不大于0.074mm” | 虔东稀土集团股份有限公司 | 采纳 | 修改为“样品的粒度应不大于0.074mm” |
| 8 | 预审稿中 “8.1 试料“称取0.50g试样（7）碱溶用，称0.20g试样（7）酸溶用，精确至0.0001g。”建议“8.1.1称取0.50g试样（7）碱溶用，8.1.2称取0.20g试样（7）酸溶用，精确至0.0001g。” | 虔东稀土集团股份有限公司 | 采纳 | 改为：  8.1.1碱溶用料  称取0.50g试样（7），精确至0.0001g。  8.1.2酸溶用料  称取0.20g试样（7），精确至0.0001g。 |
| 9 | 预审稿6　仪器设备中“本方法中各元素的分析谱线没有大于500nm的”，建议删除“波长范围200 nm~800 nm”的要求。 | 四川省乐山锐丰冶金有限公司 | 讨论 |  |
| 10 | 预审稿8.1、8.4.1中“碱溶”应为“碱熔”。 | 四川省乐山锐丰冶金有限公司 | 采纳 | 已将此部分用其他章节相同问题更改。 |
| 11 | 预审稿两个表2，标题重复，数据不一致。保留哪一个？ | 四川省乐山锐丰冶金有限公司 | 采纳 | 多余部分已删除 |
| 12 | 预审稿9“结果保留两位有效数字”不合适。宜改为“当结果<1.00 %时，保留两位有效数字；当结果≥1.00 %时，保留至小数点后两位”。 | 四川省乐山锐丰冶金有限公司 | 采纳 | 按建议更改。 |
| 13 | 预审稿10“由6家实验室对50矿、包头矿、四川矿、独居石的4个不同水平样品”中“50矿、包头矿、四川矿”表达不准确，《稀土术语》中没有定义。建议修改为“由6家实验室对稀土精矿4个不同水平样品” | 四川省乐山锐丰冶金有限公司 | 采纳 | 按建议更改。 |

4.3.2方法2

根据稀标委标准研制进度安排，包头稀土研究院安排技术骨干人员成立《稀土精矿化学分析方法 第8部分：稀土氧化物量和配分量的测定 方法2：稀土氧化物量的测定 X射线荧光光谱法》国家标准研发小组。

2024年3月1日-3月31日，完成统一样的筛选、制备了包头矿、四川矿、独居石基体。

2024年4月1日-4月20日，完成了精密度、加标回收等试验，完成实验数据进行整理，完成方法研究报告，并发送至各验证单位，同时邮寄稀土精矿统一样。

2024年6月20日开始，验证单位陆续返回验证报告，研发小组汇总、处理验证数据，优化实验条件；期间，由于国标(北京)检验认证有限公司做不了独居石样品，因此在数据处理过程中研发小组未统计国标(北京)检验认证有限公司独居石结果。

各验证单位提出的技术意见及处理见表4。

表4 稀土氧化物量的测定 X射线荧光光谱法验证单位意见汇总表

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 意见内容 | 提出单位 | 处理意见 | 备注 |
| 1 | 独居石统一样的ICP-OES检测结果中Tb4O7、Dy2O3、Ho2O3、Er2O3含量在0.1%以上（Er2O3为0.091%），在建方法时没有将这些元素添加进来，方法有一定局限性。独居石的X射线荧光方法检测Eu2O3时结果与ICP-OES相比偏差较大，结果准确度不是很好。 | 虔东稀土集团股份有限公司 | 未采纳 | ICP-OES检测采用分离富集的方法，可以得到较低的检测下限。XRF法灵敏度较差，谱线干扰严重，部分重稀土检测下限高于0.1%，同时测定误差较大。三种矿物以轻中稀土为主，重稀土含量较少，增加XRF方法主要用于提高轻稀土元素测定精密度及稳定性，故暂不采纳。 |
| 2 | 由于没有测定基体中的元素，所以金属元素对系统元素的干扰其实是没有去除的  本实验只是扣除了稀土元素之间的干扰，会不会对结果有所影响。 | 国标(北京)检验认证有限公司 | 采纳 | 精矿中基体元素的含量与稀土元素量是相对应的。本方法采用没有谱线干扰的La2O3量校正基体效应，具备校正效果满足测定要求。 |
| 3 | La的系列标样最高点是20%，但是四川矿的样品测定结果为26%，超出了线性范围，  可适当增加La的线性范围。 | 国标(北京)检验认证有限公司 | 采纳 | 预审会后增加高镧的标样，同时增加统一样品，补充测定范围。 |

4.4 意见征求

4.4.1 意见征集情况

2024年8月，通过发函形式对《稀土精矿化学分析方法 第8部分：稀土氧化物量和配分量的测定 方法2：稀土氧化物量的测定 X射线荧光光谱法》（征求意见稿）进行意见征询，2024年08月26日，收集整理征求到的意见建议，逐一进行答复，采纳合理意见对标准稿进行修改，处理意见见《标准征求意见稿意见汇总处理表》。

方法1研究报告、征求意见稿、征求意见汇总处理表通过邮件、微信的形式，发送至湖南稀土金属材料研究院有限责任公司、厦门稀土材料研究所、国际（北京）检验认证有限公司、江西省钨与稀土产品质量监督检验中心、包头稀土研究院、江西理工大学、虔东稀土集团股份有限公司、四川省乐山锐丰冶金有限公司、甘肃稀土新材料股份有限公司、钢研钠克检测技术股份有限公司、江西金世纪新材料股份有限公司、江西理工大学、江阴加华新材料资源有限公司、宁波永久磁业有限公司、天津包钢稀土研究院有限责任公司、包头市宏博特科技有限责任公司等16单位进行意见征集。

截止到2024年8月31日，收到回复的单位数16个，回复并有建议或意见的单位数6个，详见《征求稿意见汇总处理表》。

4.4.2 预审

2024年9月，在全国稀土标准化技术委员会在四川乐山组织召开的第六次稀土标准工作会议上，专家对《稀土精矿化学分析方法 第8部分：稀土氧化物量和配分量的测定》进行预审，形成会议纪要：

4.4.2.1方法1

1. 建议增加4种不同矿物类型水平的样品，验证不同溶解方式的结果；
2. 建议增加Sm的428.078谱线作为推荐谱线；
3. 建议删除标准稿中6仪器设备中“波长范围200nm~800nm”的表述。

4.4.2.2方法2

1. 建议增加验证单位，补充精密度数据，满足除起草单位外6家单位精密度数据量；
2. 建议增加独居石矿物测定中铽、镝、钬、铒四个元素量的测定，其测定下限可适度提高；
3. 建议XRF方法除测定绝对量外，增加配分量的计算；
4. 建议对方法1和方法2相同样品进行结果比对；
5. 建议补充统一样品，涵盖方法规定的测定范围。

4.4.3 审定前意见征求

2024年10月，通过发函形式对《稀土精矿化学分析方法 第8部分：稀土氧化物量和配分量的测定》（征求意见稿）进行意见征询，发送至江西南方稀土高技术股份有限公司、湖南稀土金属材料研究院有限责任公司、江阴加华新材料资源有限公司、厦门稀土材料研究所、中稀（凉山）稀土有限公司、江西省钨与稀土产品质量监督检验中心、中稀天马新材料科技股份有限公司、赣州湛海新材料科技有限公司、江西中标检检测中心有限公司、中色南方稀土（新丰）有限公司、北矿技术检测有限公司、甘肃稀土新材料股份有限公司、龙岩稀土开发有限公司、江西理工大学、虔东稀土集团股份有限公司、赣州有色冶金研究所有限公司等16单位进行意见征集。

截止到2024年10月31日，收到回复的单位数10个，回复并有建议或意见的单位数7个，详见《征求稿意见汇总处理表》。

4.5 审查

4.6 报批

二 标准制定原则

本标准在起草过程中遵循以下原则：

1 规范性

本标准是根据GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分:标准化文件的结构和起草规则》和GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的要求进行编写的。

2 先进性

本次标准修订包含X射线荧光光谱法、电感耦合等离子体原子发射光谱法体现了检测技术的进步，这些方法不仅满足了多样化的检测需求，而且反映了检测技术的最新进展，适应了稀土产业的发展趋势。它们对推动国内稀土生产企业的技术进步及相关行业的技术提升，具有积极的促进作用。

3 适用性

本标准遵循满足我国稀土产品实际检测需求的原则，旨在便于应用，并能满足企业的需求。根据现行稀土精矿产品标准指标要求结合稀土冶炼生产工艺，本标准制定过程中在不断优化电感耦合等离子体发射光谱法的前提下，增加了X射线荧光光谱法，进一步扩展了《稀土精矿化学分析方法 第8部分：稀土氧化物量和配分量的测定 方法2：稀土氧化物量的测定 X射线荧光光谱法》方法，所制定的方法根据不同类型、不同稀土含量的稀土精矿，制备了包头矿、四川矿、独居石精矿基体，为不同类型稀土精矿检测工作提供了多种分析方法，具有广泛应用的潜力。本标准在制定时着重于准确、简单、快速、成本低的特点，能更好的满足客户及操作人员的要求。

三 标准主要技术内容、确定的依据及主要试验和验证情况

1 标准主要技术内容和确定的依据

* 1. 测定范围的确定

根据现行稀土精矿产品标准指标规定及稀土冶炼生产工艺要求，结合新增分析方法检出限实验，调整稀土氧化物量的测定范围，将氧化镨、氧化钕由1.00 %-10.00 %修改为1.00 %-20.00 %，氧化钐、氧化铕、氧化钆、氧化铽、氧化镝、氧化钬、氧化铒、氧化铥、氧化镱、氧化镥、氧化钇由0.10 %-10.00 %修改为0.050 %-10.00 %。

——电感耦合等离子体发射光谱法增加盐酸、高氯酸溶解样品制备分析试液；

——修改电感耦合等离子体发射光谱法中“系列标准溶液的制备”；

——修改电感耦合等离子体发射光谱法“允许差”条款为“再现性”条款；

方法1电感耦合等离子体原子发射光谱测定范围见表5。

表5 方法1电感耦合等离子体原子发射光谱各被测元素测定范围

|  |  |
| --- | --- |
| 稀土氧化物 | 测定范围（配分量）  % |
| 氧化镧、氧化铈 | 15.00～60.00 |
| 氧化镨、氧化钕 | 1.00～20.00 |
| 氧化钐、氧化铕、氧化钆、氧化铽、氧化镝、  氧化钬、氧化铒、氧化铥、氧化镱、氧化镥、氧化钇 | 0.050～10.00 |

方法2电感耦合等离子体原子发射光谱测定范围见表6。

表6 方法2 X射线荧光光谱法各被测元素测定范围

|  |  |
| --- | --- |
| 稀土氧化物 | 测定范围/% |
| 氧化镧 | 3.00～30.00 |
| 氧化铈 | 5.00～40.00 |
| 氧化镨 | 1.00～5.00 |
| 氧化钕 | 1.00～15.00 |
| 氧化钐、氧化铕、氧化钆、氧化钇 | 0.10～3.00 |
| 氧化铽、氧化镝、氧化钬、氧化铒 | 0.10～0.50 |

* 1. 测定方法的确定

根据现行稀土精矿产品标准指标规定及稀土冶炼生产工艺要求，结合新增稀土精矿确定稀土氧化物分析方法。本次为修订方法，保留原标准中电感耦合等离子体发射光谱法，新增X射线荧光光谱法。两种方法均能满足稀土精矿中不同梯度稀土氧化物含量的测定。

2 主要试验和验证情况

2.1 实验内容

2.1.1 方法1 电感耦合等离子体发射光谱法

2.1.1.1 方法原理

试料经碱熔，过滤后，盐酸酸化或盐酸、高氯酸溶解，盐酸提取。在稀酸介质中，直接以氩等离子体光源激发，进行光谱测定，测定结果进行归一化处理。

2.1.1.2 条件试验

2.1.1.2.1分析谱线的选择

2.1.1.2.2 共存被测元素间的干扰

2.1.1.2.2.1 共存非稀土元素干扰试验

2.1.1.2.2.2 共存稀土元素干扰试验

表7 推荐分析线

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 分析线  nm | 元素 | 分析线  nm |
| La | 398.852 | Dy | 353.170 |
| Ce | 446.021 | Ho | 345.600 |
| Pr | 410.070 | Er | 326.478 |
| Nd | 430.358 | Tm | 313.126 |
| Sm | 360.949、428.078 | Yb | 328.937 |
| Eu | 272.778 | Lu | 261.542 |
| Gd | 310.050 | Y | 371.030 |
| Tb | 332.440 |  |  |

2.1.1.2.3 待测溶液进样浓度的选择

为确保实验方法具有较低的测定下限，同时满足《稀土矿》产品标准稀土杂质指标的要求，本实验选择0.2 mg/mL的基体浓度进行检测。

2.1.1.2.4方法检出限

确定测定下限：Pr、Nd为≤1.0 %； 其他杂质为≤0.05 %。

2.1.1.2.5溶样方法的选择

2.1.1.2.5.1酸溶试验

通过试验：盐酸+高氯酸（5+5）条件，样品没有完全溶解，有黑色不溶物，结果偏低。盐酸+高氯酸（5+10）和盐酸+高氯酸（5+15）样品能够溶解完，但考核成本节约。综合考虑采用盐酸+高氯酸（5+10）。

2.1.1.2.5.2碱溶试验

通过试验：碱溶与酸溶试验基本一致，因此碱溶过程与原标准一致。

2.1.1.2.6称样量试验

2.1.1.2.6.1碱溶称样量试验

本试验与原标准一致，碱溶选择称样量为0.5 g。

2.1.1.2.6.2酸溶称样量试验

称取不同质量的样品，按酸溶进行样品溶解，通过试验：本试验酸溶选择称样量为0.2 g。

2.1.1.2.7加标回收试验

2.1.1.2.7.1碱溶加标回收试验

通过加标试验，碱溶加标回收率均达到要求。

2.1.1.2.7.2酸溶加标回收试验

通过加标试验，酸溶加标回收率均达到要求。

2.1.1.2.8精密度试验

2.1.1.2.81碱溶精密度试验

通过精密度试验，碱溶精密度均达到要求。

2.1.1.2.8.2酸溶精密度试验

通过精密度试验，酸溶精密度均达到要求。

2.1.1.3 结论

通过试验，采用电感耦合等离子体原子发射光谱法可准确测定稀土矿中十五个稀土元素氧化物配分量，其精密度、准确度结果令人满意。

2.1.1.4补充试验

根据预审提出的问题，进行相应补充试验。

2.1.1.4.1碱熔与酸溶对比试验

采用碱熔和酸溶方法对5个样品进行样品分解试验，对比结果表明，目前选用的50矿、包头矿、四川矿、独居石、美国矿，采取两种分解方法，得出的稀土总量结果相差不大。两种方法均可满足分解样品的要求。

2.1.1.4.2美国矿精密度结果

增加美国矿样品，采用本方法进行精密度试验，试验结果表明，两种碱熔和酸溶方法测定的结果，精密度均达到要求。分析数据按照2.2的要求处理。

2.1.2 方法2 稀土氧化物量的测定 X射线荧光光谱法

2.1.2.1 方法原理

试料经熔融法制成玻璃样片，通过X射线管产生初级X射线照射到样片表面上，产生特征X射线经晶体分光后，检测器在选择的特征波长相对应得2θ角处测定X射线荧光强度，根据工作曲线和测量的X射线荧光强度，计算出样品中各稀土氧化物量。

2.1.2.2 实验条件优化

2.1.2.2.1 仪器工作曲线的确定

用X荧光光谱法对30矿、40矿、50矿及统一样包头矿、四川矿、独居石用粉末压片法进行半定量测定，确定非稀土基体各元素大致含量。将半定量非稀土基体结果按氧化物（氟、磷、硫、氯除外)，归一到100%。这三种矿物基体差别大，包头矿钙、铁、磷、氟、碳含量高，四川矿氟、铁、钡、硅、碳、铝含量高，独居石磷、钍、硅、锆、钛、铁、铝含量高。根据含量和化合物的易购性配制包头矿基体（5.18）、 四川矿基体（5.19）、独居石基体（5.20）。配制原则：1.尽量用所含元素，采购难度大则用邻近元素（对X射线的基体吸收接近）代替。如钍、铀为放射性重元素，要用非放射性的重元素铅代替。2.两种元素均存在，则用两者的化合物添加。如包头矿的钙、氟都高，则先加氟化钙、其余钙加入氧化钙。3.对稀土有谱线干扰的元素不可用其它元素代替。如氧化钡难得，则以氯化钡代替。4..融片时易挥发的元素氟和碳，分别用氟化钠和碳酸锂代替。

这三种基体分别与混合稀土氧化物各0.3 g制备三个样片（包头矿基体0.6 g、四川矿基体0.6 g、独居石基体0.6g），这三种基体分别与混合稀土氧化物各0.15 g制备三个样片（包头矿基体0.3 g、四川矿基体0.3 g、独居石基体0.3 g），测量后得到表8。

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 表8 不同基体及稀释比下稀土元素净强度（kcps） | | | | | | | |
| 元素 | 谱线 | 包头矿基体0.6g | 包头矿基体0.3g | 四川矿基体0.6g | 四川矿基体0.3g | 独居石基体0.6g | 独居石基体0.3g |
| La | LA | 71.624 | 45.881 | 73.906 | 46.907 | 65.554 | 43.455 |
| Ce | LB1 | 120.781 | 78.958 | 118.800 | 77.481 | 109.941 | 75.073 |
| Pr | LB1 | 8.877 | 6.164 | 9.181 | 6.427 | 8.102 | 5.826 |
| Nd | LB1 | 38.036 | 26.449 | 37.600 | 26.360 | 34.992 | 25.008 |
| Sm | LB1 | 2.083 | 1.718 | 2.075 | 1.629 | 1.855 | 1.395 |
| Eu | LB2 | 1.987 | 1.566 | 1.971 | 1.527 | 1.815 | 1.457 |
| Gd | LB1 | 0.862 | 0.641 | 0.872 | 0.674 | 0.850 | 0.628 |
| Y | KB1 | 33.055 | 26.490 | 31.209 | 24.544 | 3.299 | 2.369 |

由表8可见，对于相同的稀土氧化物与不同的基体组合后得到的混合精矿，以不同的稀释比融片后X荧光净强度有明显差别，所以不能用一个工作曲线测定，应对不同基体设置不同分析曲线。

2.1.2.2.2 检测下限

准确称取无水四硼酸锂和偏硼酸锂（质量比2：1）6.0000 g于铂黄坩埚中，均匀覆盖0.5000 g硝酸锂、加入基体0.3 g、La-Nd混合物REO 0.3 g（基体和混合物不可接触埚壁），均匀覆盖0.5000 g氧化硼，滴加0.5 mL溴化铵溶液。将坩埚放进预加热到1050 ℃的熔样机内熔融19 min，取出坩埚，置于水平耐火材料板上冷却至室温，将已成型样片与坩埚剥离、编号待测。每种基体样品各制备6片样片。熔样机在熔样过程中自动摇摆、转动坩埚，将气泡赶尽，使样片均匀。

将制备的样片放入样品杯，按仪器工作条件进行测定，得到氧化钐、氧化铕、氧化钆、氧化钇空白标准偏差见表9，独居石精矿方法氧化铽、氧化镝、氧化钬、氧化铒检测下限如表10。以空白样10倍标准偏差作为检测下限，得到检测下限不大于0.063 %。

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 表9 氧化钐、氧化铕、氧化钆、氧化钇空白标准偏差 | | | | m/m% |
| 编号 | Sm2O3 | Eu2O3 | Gd2O3 | Y2O3 |
| 包头矿Sm-Y空白 | -0.020 | 0.017 | 0.027 | 0.016 |
| 包头矿Sm-Y空白 | -0.016 | 0.016 | 0.032 | 0.019 |
| 包头矿Sm-Y空白 | -0.019 | 0.020 | 0.030 | 0.018 |
| 包头矿Sm-Y空白 | -0.026 | 0.016 | 0.033 | 0.018 |
| 包头矿Sm-Y空白 | -0.023 | 0.007 | 0.024 | 0.015 |
| 包头矿Sm-Y空白 | -0.017 | 0.008 | 0.021 | 0.020 |
| 标准偏差 | 0.0038 | 0.0053 | 0.0047 | 0.0019 |
| 四川矿Sm-Y空白 | 0.012 | 0.069 | 0.012 | 0.038 |
| 四川矿Sm-Y空白 | -0.001 | 0.066 | 0.020 | 0.038 |
| 四川矿Sm-Y空白 | 0.003 | 0.065 | 0.009 | 0.038 |
| 四川矿Sm-Y空白 | 0.012 | 0.063 | 0.013 | 0.038 |
| 四川矿Sm-Y空白 | 0.013 | 0.056 | 0.007 | 0.034 |
| 四川矿Sm-Y空白 | 0.008 | 0.054 | 0.003 | 0.035 |
| 标准偏差 | 0.0057 | 0.0059 | 0.0058 | 0.0018 |
| 独居石Sm-Y空白 | 0.014 | 0.011 | -0.011 | -0.006 |
| 独居石Sm-Y空白 | 0.004 | 0.008 | -0.008 | -0.006 |
| 独居石Sm-Y空白 | 0.018 | 0.009 | -0.003 | -0.006 |
| 独居石Sm-Y空白 | 0.002 | 0.000 | -0.002 | -0.006 |
| 独居石Sm-Y空白 | 0.010 | 0.010 | -0.006 | -0.010 |
| 独居石Sm-Y空白 | 0.005 | 0.013 | -0.011 | -0.006 |
| 标准偏差 | 0.0063 | 0.0045 | 0.0039 | 0.0016 |

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 表10 氧化铽、氧化镝、氧化钬、氧化铒空白 | | | | m/m% |
|  | Tb4O7 | Dy2O3 | Ho2O3 | Er2O3 |
| 独居石Tb-Er空白 | -0.008 | -0.008 | -0.016 | -0.012 |
| 独居石Tb-Er空白 | -0.008 | -0.005 | -0.018 | -0.010 |
| 独居石Tb-Er空白 | -0.004 | -0.004 | -0.018 | -0.010 |
| 独居石Tb-Er空白 | -0.011 | -0.008 | -0.017 | -0.010 |
| 独居石Tb-Er空白 | -0.013 | -0.006 | -0.016 | -0.010 |
| 独居石Tb-Er空白 | -0.009 | -0.008 | -0.019 | -0.009 |
| 平均值 | -0.009 | -0.007 | -0.017 | -0.010 |
| 标准偏差 | 0.003 | 0.002 | 0.001 | 0.001 |
| 检测下限 | 0.03 | 0.02 | 0.01 | 0.01 |

2.1.2.2.3 统一样精密度

将9种统一样按实验条件制备6个样片，放入样品杯，按仪器工作条件进行测定，得到结果的平均值、标准偏差和RSD见表11、12、13。除氧化铕因为含量太低标准偏差为8.28 %、28.42 %、12.77 %、11.78 %、16.01%、6.28 %和9.00 %，其他的均小于3.30 %，说明此法精密度很好。

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 表11 包头矿精矿精密度 | | | | | | | | | m/m% |
|  | REO | Y2O3 | La2O3 | CeO2 | Pr6O11 | Nd2O3 | Sm2O3 | Eu2O3 | Gd2O3 |
| 包头矿1-1# | 53.110 | 0.171 | 15.011 | 27.289 | 2.427 | 7.255 | 0.598 | 0.120 | 0.239 |
| 包头矿1-2# | 53.111 | 0.171 | 15.055 | 27.246 | 2.429 | 7.252 | 0.598 | 0.117 | 0.243 |
| 包头矿1-3# | 52.781 | 0.169 | 14.934 | 27.120 | 2.392 | 7.201 | 0.611 | 0.115 | 0.239 |
| 包头矿1-4# | 53.326 | 0.171 | 15.085 | 27.377 | 2.467 | 7.269 | 0.598 | 0.116 | 0.243 |
| 包头矿1-5# | 52.776 | 0.170 | 14.944 | 27.106 | 2.407 | 7.199 | 0.593 | 0.125 | 0.232 |
| 包头矿1-6# | 52.917 | 0.171 | 15.001 | 27.168 | 2.406 | 7.219 | 0.602 | 0.115 | 0.235 |
| 平均值 | 53.004 | 0.171 | 15.005 | 27.218 | 2.421 | 7.233 | 0.600 | 0.118 | 0.239 |
| 标准偏差 | 0.217 | 0.060 | 0.106 | 0.026 | 0.030 | 0.006 | 0.004 | 0.004 | 0.001 |
| RSD % | 0.41 | 0.49 | 0.40 | 0.39 | 1.09 | 0.42 | 1.02 | 3.30 | 1.83 |
| 包头矿2-1# | 39.444 | 0.160 | 10.399 | 20.090 | 1.879 | 6.165 | 0.474 | 0.098 | 0.179 |
| 包头矿2-2# | 39.216 | 0.159 | 10.335 | 19.965 | 1.890 | 6.132 | 0.473 | 0.087 | 0.175 |
| 包头矿2-3# | 39.237 | 0.160 | 10.337 | 19.972 | 1.880 | 6.155 | 0.466 | 0.093 | 0.174 |
| 包头矿2-4# | 39.182 | 0.159 | 10.336 | 19.930 | 1.893 | 6.131 | 0.466 | 0.087 | 0.180 |
| 包头矿2-5# | 39.335 | 0.159 | 10.346 | 20.023 | 1.909 | 6.150 | 0.478 | 0.094 | 0.176 |
| 包头矿2-6# | 39.189 | 0.159 | 10.339 | 19.962 | 1.866 | 6.141 | 0.469 | 0.077 | 0.176 |
| 平均值 | 39.267 | 0.159 | 10.349 | 19.990 | 1.886 | 6.146 | 0.471 | 0.089 | 0.177 |
| 标准偏差 | 0.103 | 0.001 | 0.025 | 0.057 | 0.015 | 0.013 | 0.005 | 0.007 | 0.002 |
| RSD % | 0.26 | 0.32 | 0.24 | 0.29 | 0.78 | 0.22 | 1.02 | 8.28 | 1.32 |
| 包头矿3-1# | 28.923 | 0.180 | 8.101 | 14.671 | 1.357 | 4.102 | 0.346 | 0.014 | 0.152 |
| 包头矿3-2# | 28.965 | 0.180 | 8.113 | 14.672 | 1.357 | 4.121 | 0.346 | 0.025 | 0.151 |
| 包头矿3-3# | 28.900 | 0.180 | 8.099 | 14.643 | 1.367 | 4.107 | 0.333 | 0.018 | 0.153 |
| 包头矿3-4# | 28.990 | 0.179 | 8.141 | 14.682 | 1.368 | 4.102 | 0.352 | 0.013 | 0.153 |
| 包头矿3-5# | 28.985 | 0.179 | 8.141 | 14.685 | 1.368 | 4.107 | 0.336 | 0.026 | 0.143 |
| 包头矿3-6# | 28.937 | 0.179 | 8.098 | 14.665 | 1.372 | 4.110 | 0.337 | 0.023 | 0.153 |
| 平均值 | 28.950 | 0.180 | 8.116 | 14.670 | 1.365 | 4.108 | 0.342 | 0.020 | 0.151 |
| 标准偏差 | 0.036 | 0.001 | 0.020 | 0.015 | 0.006 | 0.007 | 0.007 | 0.006 | 0.004 |
| RSD % | 0.12 | 0.31 | 0.25 | 0.10 | 0.46 | 0.17 | 2.16 | 28.42 | 2.60 |

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 表12 四川矿精矿精密度 | | | | | | | | | m/m% |
|  | REO | Y2O3 | La2O3 | CeO2 | Pr6O11 | Nd2O3 | Sm2O3 | Eu2O3 | Gd2O3 |
| 四川矿1-1# | 71.245 | 0.085 | 26.069 | 34.823 | 2.472 | 6.958 | 0.550 | 0.067 | 0.221 |
| 四川矿1-2# | 71.371 | 0.088 | 26.113 | 34.857 | 2.490 | 6.987 | 0.545 | 0.069 | 0.222 |
| 四川矿1-3# | 71.114 | 0.087 | 26.030 | 34.711 | 2.480 | 6.975 | 0.542 | 0.060 | 0.229 |
| 四川矿1-4# | 71.212 | 0.086 | 25.993 | 34.839 | 2.496 | 6.971 | 0.547 | 0.059 | 0.221 |
| 四川矿1-5# | 71.264 | 0.086 | 26.059 | 34.779 | 2.500 | 6.977 | 0.552 | 0.083 | 0.228 |
| 四川矿1-6# | 71.510 | 0.088 | 26.150 | 34.942 | 2.527 | 6.981 | 0.522 | 0.067 | 0.233 |
| 平均值 | 71.286 | 0.087 | 26.069 | 34.825 | 2.494 | 6.975 | 0.543 | 0.068 | 0.226 |
| 标准偏差 | 0.138 | 0.001 | 0.056 | 0.077 | 0.019 | 0.010 | 0.011 | 0.009 | 0.005 |
| RSD % | 0.193 | 1.397 | 0.216 | 0.223 | 0.766 | 0.142 | 2.004 | 12.770 | 2.236 |
| 四川矿2-1# | 65.230 | 0.090 | 23.870 | 31.733 | 2.269 | 6.488 | 0.510 | 0.062 | 0.208 |
| 四川矿2-2# | 65.461 | 0.090 | 23.970 | 31.810 | 2.275 | 6.516 | 0.528 | 0.064 | 0.208 |
| 四川矿2-3# | 65.141 | 0.089 | 23.850 | 31.644 | 2.234 | 6.508 | 0.538 | 0.071 | 0.207 |
| 四川矿2-4# | 65.216 | 0.089 | 23.882 | 31.698 | 2.248 | 6.501 | 0.518 | 0.066 | 0.214 |
| 四川矿2-5# | 65.411 | 0.089 | 23.939 | 31.784 | 2.256 | 6.525 | 0.516 | 0.084 | 0.218 |
| 四川矿2-6# | 65.395 | 0.089 | 23.956 | 31.782 | 2.258 | 6.507 | 0.529 | 0.065 | 0.209 |
| 平均值 | 65.309 | 0.089 | 23.911 | 31.742 | 2.257 | 6.508 | 0.523 | 0.069 | 0.211 |
| 标准偏差 | 0.130 | 0.001 | 0.050 | 0.063 | 0.015 | 0.013 | 0.010 | 0.008 | 0.004 |
| RSD % | 0.198 | 0.578 | 0.209 | 0.197 | 0.651 | 0.195 | 1.966 | 11.783 | 2.073 |
| 四川矿3-1# | 59.235 | 0.087 | 21.600 | 28.685 | 2.048 | 6.075 | 0.488 | 0.059 | 0.193 |
| 四川矿3-2# | 59.391 | 0.086 | 21.679 | 28.751 | 2.062 | 6.087 | 0.487 | 0.048 | 0.191 |
| 四川矿3-3# | 59.182 | 0.087 | 21.604 | 28.666 | 2.047 | 6.063 | 0.483 | 0.048 | 0.184 |
| 四川矿3-4# | 59.281 | 0.086 | 21.639 | 28.696 | 2.046 | 6.096 | 0.482 | 0.046 | 0.190 |
| 四川矿3-5# | 59.131 | 0.087 | 21.564 | 28.659 | 2.047 | 6.058 | 0.486 | 0.048 | 0.182 |
| 四川矿3-6# | 59.154 | 0.087 | 21.574 | 28.665 | 2.029 | 6.055 | 0.489 | 0.067 | 0.188 |
| 平均值 | 59.229 | 0.087 | 21.610 | 28.687 | 2.047 | 6.072 | 0.486 | 0.053 | 0.188 |
| 标准偏差 | 0.096 | 0.001 | 0.043 | 0.034 | 0.010 | 0.017 | 0.003 | 0.008 | 0.004 |
| RSD % | 0.163 | 0.596 | 0.198 | 0.120 | 0.512 | 0.273 | 0.574 | 16.007 | 2.257 |

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 表13 独居石精矿精密度 | | | | | | | | | | | | | m/m% |
|  | REO | Y2O3 | La2O3 | CeO2 | Pr6O11 | Nd2O3 | Sm2O3 | Eu2O3 | Gd2O3 | Tb4O7 | Dy2O3 | Ho2O3 | Er2O3 |
| 独居石1-1# | 56.115 | 1.496 | 12.519 | 26.142 | 2.770 | 9.713 | 1.388 | 0.315 | 1.050 | 0.153 | 0.370 | 0.085 | 0.114 |
| 独居石1-2# | 55.958 | 1.496 | 12.485 | 26.085 | 2.770 | 9.699 | 1.382 | 0.266 | 1.056 | 0.152 | 0.370 | 0.081 | 0.116 |
| 独居石1-3# | 55.985 | 1.495 | 12.482 | 26.080 | 2.788 | 9.700 | 1.386 | 0.270 | 1.071 | 0.146 | 0.369 | 0.083 | 0.115 |
| 独居石1-4# | 56.032 | 1.495 | 12.511 | 26.106 | 2.778 | 9.719 | 1.389 | 0.275 | 1.048 | 0.148 | 0.370 | 0.080 | 0.113 |
| 独居石1-5# | 56.030 | 1.497 | 12.520 | 26.120 | 2.787 | 9.686 | 1.374 | 0.280 | 1.049 | 0.149 | 0.371 | 0.084 | 0.113 |
| 独居石1-6# | 56.106 | 1.497 | 12.527 | 26.140 | 2.754 | 9.734 | 1.396 | 0.277 | 1.069 | 0.149 | 0.370 | 0.082 | 0.111 |
| 平均值 | 56.038 | 1.496 | 12.507 | 26.112 | 2.775 | 9.709 | 1.386 | 0.281 | 1.057 | 0.150 | 0.370 | 0.083 | 0.114 |
| 标准偏差 | 0.063 | 0.001 | 0.019 | 0.027 | 0.013 | 0.017 | 0.007 | 0.018 | 0.010 | 0.003 | 0.001 | 0.002 | 0.002 |
| RSD % | 0.11 | 0.06 | 0.15 | 0.10 | 0.46 | 0.18 | 0.53 | 6.28 | 0.98 | 1.73 | 0.17 | 2.27 | 1.54 |
| 独居石2-1# | 53.605 | 2.439 | 12.013 | 24.449 | 2.540 | 8.667 | 1.280 | 0.183 | 1.046 | 0.239 | 0.461 | 0.130 | 0.158 |
| 独居石2-2# | 53.626 | 2.440 | 12.013 | 24.494 | 2.517 | 8.652 | 1.289 | 0.183 | 1.051 | 0.238 | 0.462 | 0.131 | 0.156 |
| 独居石2-3# | 53.689 | 2.443 | 12.025 | 24.502 | 2.524 | 8.667 | 1.286 | 0.205 | 1.044 | 0.247 | 0.461 | 0.129 | 0.156 |
| 独居石2-4# | 53.700 | 2.440 | 12.040 | 24.506 | 2.529 | 8.654 | 1.281 | 0.221 | 1.044 | 0.245 | 0.459 | 0.126 | 0.155 |
| 独居石2-5# | 53.557 | 2.437 | 12.016 | 24.474 | 2.512 | 8.637 | 1.271 | 0.176 | 1.049 | 0.242 | 0.461 | 0.127 | 0.155 |
| 独居石2-6# | 53.552 | 2.442 | 11.992 | 24.452 | 2.509 | 8.663 | 1.280 | 0.184 | 1.045 | 0.239 | 0.458 | 0.131 | 0.157 |
| 平均值 | 53.622 | 2.440 | 12.017 | 24.480 | 2.522 | 8.657 | 1.281 | 0.192 | 1.047 | 0.242 | 0.460 | 0.129 | 0.156 |
| 标准偏差 | 0.063 | 0.002 | 0.016 | 0.025 | 0.012 | 0.012 | 0.006 | 0.017 | 0.003 | 0.004 | 0.002 | 0.002 | 0.001 |
| RSD % | 0.12 | 0.09 | 0.13 | 0.10 | 0.46 | 0.13 | 0.48 | 9.00 | 0.28 | 1.52 | 0.33 | 1.63 | 0.75 |
| 独居石3-1# | 46.960 | 1.574 | 10.516 | 21.448 | 2.265 | 8.060 | 1.199 | 0.215 | 0.877 | 0.196 | 0.375 | 0.103 | 0.132 |
| 独居石3-2# | 46.930 | 1.569 | 10.542 | 21.420 | 2.283 | 8.064 | 1.195 | 0.165 | 0.889 | 0.191 | 0.377 | 0.103 | 0.132 |
| 独居石3-3# | 46.856 | 1.570 | 10.501 | 21.377 | 2.277 | 8.077 | 1.190 | 0.178 | 0.881 | 0.193 | 0.377 | 0.104 | 0.131 |
| 独居石3-4# | 46.912 | 1.571 | 10.484 | 21.410 | 2.283 | 8.060 | 1.188 | 0.229 | 0.877 | 0.199 | 0.374 | 0.107 | 0.130 |
| 独居石3-5# | 46.863 | 1.570 | 10.504 | 21.397 | 2.269 | 8.059 | 1.184 | 0.193 | 0.884 | 0.190 | 0.377 | 0.106 | 0.130 |
| 独居石3-6# | 46.811 | 1.570 | 10.464 | 21.374 | 2.286 | 8.051 | 1.195 | 0.185 | 0.886 | 0.192 | 0.376 | 0.103 | 0.129 |
| 平均值 | 46.889 | 1.571 | 10.502 | 21.404 | 2.277 | 8.062 | 1.192 | 0.194 | 0.882 | 0.194 | 0.376 | 0.104 | 0.131 |
| 标准偏差 | 0.055 | 0.002 | 0.027 | 0.028 | 0.008 | 0.009 | 0.005 | 0.024 | 0.005 | 0.003 | 0.001 | 0.002 | 0.001 |
| RSD % | 0.12 | 0.11 | 0.25 | 0.13 | 0.37 | 0.11 | 0.46 | 12.28 | 0.55 | 1.75 | 0.34 | 1.68 | 0.93 |

2.1.2.2.4 标准加入实验

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 表14 标准加入回收率 | | | | | | | | | | |
|  |  | La2O3 | CeO2 | Pr6O11 | Nd2O3 | Sm2O3 | Eu2O3 | Gd2O3 | Y2O3 | REO |
| 包头矿标加01 | 理论值m/m% | 7.201 | 12.266 | 1.191 | 3.568 | 1.322 | 1.264 | 1.279 | 1.270 | 29.360 |
| 测量值m/m% | 7.005 | 12.661 | 1.294 | 3.693 | 1.245 | 1.221 | 1.344 | 1.324 | 29.787 |
| 回收率 % | 97.284 | 103.219 | 108.688 | 103.506 | 94.175 | 96.586 | 105.113 | 104.214 | 101.453 |
| 包头矿标加02 | 理论值m/m% | 9.601 | 16.399 | 1.586 | 4.752 | 1.108 | 1.021 | 1.043 | 1.031 | 36.541 |
| 测量值m/m% | 9.653 | 16.894 | 1.511 | 4.859 | 1.110 | 0.905 | 1.062 | 1.006 | 37.000 |
| 回收率 % | 100.543 | 103.017 | 95.281 | 102.255 | 100.181 | 88.618 | 101.829 | 97.605 | 101.257 |
| 包头矿标加03 | 理论值m/m% | 12.301 | 20.988 | 2.033 | 6.091 | 2.108 | 2.021 | 2.043 | 2.031 | 49.616 |
| 测量值m/m% | 12.650 | 20.995 | 2.038 | 5.550 | 2.178 | 1.725 | 2.030 | 1.829 | 48.995 |
| 回收率 % | 102.836 | 100.034 | 100.261 | 91.116 | 103.321 | 85.344 | 99.367 | 90.068 | 98.749 |
| 四川矿标加01 | 理论值m/m% | 13.716 | 20.667 | 1.811 | 5.360 | 0.399 | 0.265 | 0.312 | 0.289 | 42.819 |
| 测量值m/m% | 14.232 | 21.145 | 1.841 | 6.019 | 0.426 | 0.312 | 0.369 | 0.325 | 44.669 |
| 回收率 % | 103.764 | 102.314 | 101.640 | 112.304 | 106.700 | 117.754 | 118.380 | 112.295 | 104.321 |
| 四川矿标加02 | 理论值m/m% | 17.798 | 27.207 | 2.435 | 7.221 | 0.667 | 0.517 | 0.569 | 0.544 | 56.957 |
| 测量值m/m% | 17.918 | 27.280 | 2.390 | 7.384 | 0.676 | 0.488 | 0.646 | 0.570 | 57.352 |
| 回收率 % | 100.676 | 100.269 | 98.166 | 102.262 | 101.325 | 94.436 | 113.510 | 104.751 | 100.693 |
| 四川矿标加03 | 理论值m/m% | 19.037 | 29.360 | 2.660 | 7.900 | 0.911 | 0.766 | 0.817 | 0.793 | 62.244 |
| 测量值m/m% | 18.900 | 28.972 | 2.610 | 7.874 | 1.020 | 0.683 | 0.927 | 0.718 | 61.704 |
| 回收率 % | 99.280 | 98.678 | 98.113 | 99.667 | 111.942 | 89.146 | 113.513 | 90.591 | 99.132 |
| 独居石标加01 | 理论值m/m% | 5.150 | 9.149 | 0.923 | 2.865 | 1.929 | 1.780 | 1.857 | 1.915 | 25.567 |
| 测量值m/m% | 5.006 | 9.094 | 1.042 | 3.139 | 1.854 | 1.737 | 2.085 | 2.002 | 25.959 |
| 回收率 % | 97.210 | 99.402 | 112.881 | 109.580 | 96.127 | 97.578 | 112.277 | 104.524 | 101.532 |
| 独居石标加02 | 理论值m/m% | 7.750 | 13.708 | 1.382 | 4.280 | 1.750 | 1.542 | 1.650 | 1.731 | 33.794 |
| 测量值m/m% | 7.462 | 13.374 | 1.340 | 4.938 | 1.935 | 1.350 | 1.743 | 1.589 | 33.731 |
| 回收率 % | 96.289 | 97.562 | 96.937 | 115.363 | 110.560 | 87.539 | 105.648 | 91.771 | 99.813 |
| 独居石标加03 | 理论值m/m% | 9.999 | 17.797 | 1.796 | 5.579 | 2.857 | 2.560 | 2.714 | 2.831 | 46.135 |
| 测量值m/m% | 9.952 | 17.856 | 1.841 | 5.161 | 2.987 | 2.156 | 2.667 | 2.774 | 45.394 |
| 回收率 % | 99.526 | 100.329 | 102.494 | 92.505 | 104.536 | 84.211 | 98.267 | 97.997 | 98.395 |
| 注：稀土元素氧化物理论值为（所在混合REO加入量×所占份额+稀土精矿加入量×精矿中该元素质量百分比/100）/0.6×100 | | | | | | | | | | |

由表14可见，回收率在84-120%之间，说明方法有较好的准确度。

2.1.2.2.5 与其他方法结果对照

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 表15 与其它方法结果比对 | | | | | | | | | | | | | m/m% |
|  | REO | Y2O3 | La2O3 | CeO2 | Pr6O11 | Nd2O3 | Sm2O3 | Eu2O3 | Gd2O3 | Tb4O7 | Dy2O3 | Ho2O3 | Er2O3 |
| 包头矿1 | 53.004 | 0.171 | 15.005 | 27.218 | 2.421 | 7.233 | 0.600 | 0.118 | 0.239 |  |  |  |  |
| 配分 |  | 0.322 | 28.309 | 51.350 | 4.568 | 13.645 | 1.132 | 0.223 | 0.450 |  |  |  |  |
| 对照值 | 53.970 | 0.260 | 28.210 | 50.810 | 4.760 | 14.190 | 1.090 | 0.220 | 0.400 |  |  |  |  |
| 包头矿2 | 39.267 | 0.159 | 10.349 | 19.990 | 1.886 | 6.146 | 0.471 | 0.089 | 0.177 |  |  |  |  |
| 配分 |  | 0.406 | 26.355 | 50.909 | 4.803 | 15.651 | 1.199 | 0.228 | 0.450 |  |  |  |  |
| 对照值 | 39.780 | 0.250 | 26.700 | 50.790 | 5.140 | 15.320 | 1.170 | 0.220 | 0.400 |  |  |  |  |
| 包头矿3 | 28.950 | 0.180 | 8.116 | 14.670 | 1.365 | 4.108 | 0.342 | 0.020 | 0.151 |  |  |  |  |
| 配分 |  | 0.620 | 28.033 | 50.672 | 4.714 | 14.191 | 1.180 | 0.069 | 0.521 |  |  |  |  |
| 对照值 | 29.090 | 0.300 | 28.360 | 51.010 | 4.760 | 13.850 | 1.080 | 0.210 | 0.410 |  |  |  |  |
| 四川矿1 | 71.286 | 0.087 | 26.069 | 34.825 | 2.494 | 6.975 | 0.543 | 0.068 | 0.226 |  |  |  |  |
| 配分 |  | 0.122 | 36.570 | 48.853 | 3.499 | 9.784 | 0.762 | 0.095 | 0.317 |  |  |  |  |
| 对照值 | 71.270 | 0.100 | 36.700 | 48.170 | 3.740 | 10.190 | 0.700 | 0.100 | 0.210 |  |  |  |  |
| 四川矿2 | 65.309 | 0.089 | 23.911 | 31.742 | 2.257 | 6.508 | 0.523 | 0.069 | 0.211 |  |  |  |  |
| 配分 |  | 0.137 | 36.612 | 48.603 | 3.455 | 9.964 | 0.801 | 0.105 | 0.323 |  |  |  |  |
| 对照值 | 65.180 | 0.100 | 36.830 | 47.930 | 3.750 | 10.200 | 0.690 | 0.100 | 0.200 |  |  |  |  |
| 四川矿3 | 59.229 | 0.087 | 21.610 | 28.687 | 2.047 | 6.072 | 0.486 | 0.053 | 0.188 |  |  |  |  |
| 配分 |  | 0.146 | 36.486 | 48.434 | 3.455 | 10.252 | 0.820 | 0.089 | 0.317 |  |  |  |  |
| 对照值 | 57.710 | 0.100 | 36.630 | 48.050 | 3.760 | 10.260 | 0.690 | 0.100 | 0.210 |  |  |  |  |
| 独居石1 | 56.038 | 1.496 | 12.507 | 26.112 | 2.775 | 9.709 | 1.386 | 0.281 | 1.057 | 0.150 | 0.370 | 0.083 | 0.114 |
| 配分 |  | 2.670 | 22.319 | 46.597 | 4.951 | 17.325 | 2.473 | 0.501 | 1.887 | 0.267 | 0.660 | 0.147 | 0.203 |
| 对照值 | 55.510 | 2.590 | 22.610 | 46.440 | 5.200 | 17.400 | 2.470 | 0.190 | 1.900 | 0.170 | 0.750 | 0.110 | 0.140 |
| 独居石2 | 53.622 | 2.440 | 12.017 | 24.480 | 2.522 | 8.657 | 1.281 | 0.192 | 1.047 | 0.242 | 0.460 | 0.129 | 0.156 |
| 配分 |  | 4.551 | 22.410 | 45.652 | 4.703 | 16.144 | 2.389 | 0.358 | 1.952 | 0.451 | 0.858 | 0.241 | 0.291 |
| 对照值 | 53.700 | 4.440 | 22.830 | 45.840 | 4.990 | 16.000 | 2.290 | <0.10 | 1.870 | 0.110 | 0.870 | 0.160 | 0.300 |
| 独居石3 | 46.889 | 1.571 | 10.502 | 21.404 | 2.277 | 8.062 | 1.192 | 0.194 | 0.882 | 0.194 | 0.376 | 0.104 | 0.131 |
| 配分 |  | 3.350 | 22.397 | 45.649 | 4.857 | 17.193 | 2.542 | 0.414 | 1.882 | 0.413 | 0.802 | 0.223 | 0.279 |
| 对照值 | 47.160 | 3.290 | 22.980 | 46.460 | 5.130 | 16.600 | 2.380 | 0.100 | 1.850 | 0.100 | 0.710 | 0.120 | 0.200 |
| 注：表中各稀土氧化物配分值为各元素氧化物的量除以稀土总量乘100。对照值REO为化学分析结果，各氧化物分量为ICP-OES分析的配分值。 | | | | | | | | | | | | | |

从表中可见，大部分结果在误差范围内，也有个别结果超差。这是因为重元素稀土和轻元素为主的基体有30-70 %的范围变化，对X射线荧光强度的影响较大。要得到更准确的结果，需根据实际生产情况减小基体变化范围。

2.1.2.13 结论

采用X射线荧光光谱法测定稀土精矿中的稀土氧化物，能够准确测定样品中的氧化物量，满足生产、科研需要。

2.2 验证数据结果分析

2.2.1 原始数据统计

中国北方稀土高科技股份有限公司和包头稀土研究院对各验证单位反馈数据进行均值、标准偏差和相对标准偏差的统计，并进行格拉布斯检验、等精度检验（柯克伦检验）。试验数据统计和检验结果见数据统计报告。

2.2.2 对于岐离和离群数据的分析

试验数据取舍在统计学基础上还应符合化学分析特点，对于岐离和离群数据是否留用，试验采取的判断方式：参照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：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法》先进行格拉布斯检验，对于检验为岐离的数据进行保留，对于离群的数据进行剔除。当最大或最小的平均值经检验为离群值，则将其剔除，对剩下的平均值重复进行检验；再进行柯克伦检验，对于检验为岐离的数据进行保留，对于离群的数据进行剔除。当最大标准差经检验判断为离群值后，将其进行剔除，对剩下的数据再次进行柯克伦检验。

注：实验室内格拉布斯检验和等精度检验（柯克伦检验）采用的平均值为该实验室平均值，实验室间均值格拉布斯检验采用的平均值为实验室均值平均值。

2.2.3 重复性限和再现性限计算

试验中X射线荧光光谱法和电感耦合等离子体发射光谱法分别对多个水平统一样的所有保留数据进行了重复性限和再现性限计算，计算结果见数据统计报告。

四 标准中涉及专利的情况

本标准不涉及专利问题。

五 效益展望

本标准是在GB/T 18114.8-2010标准的基础上进行修订，修订过程中进行了大量的试验及数据统计，对原标准部分技术内容进行修改，在电感耦合等离子体发射光谱法基础上，增加了X射线荧光光谱法方法。修订后标准内容全面，条款清晰，测定范围广、可操作性强，能满足稀土精矿中稀土氧化物量和配分量检测要求，具有非常重要的现实意义。

标准实施后，将应用到整个稀土矿的质检、贸易等过程中，应用前景良好，并会产生较好的社会效益和经济效益：

（1）标准的实施将为生产、使用、贸易三方提供最基本的技术依据，在本标准的基础之上使三方达成共识，有利于产品的质量控制和产品升级，使后续使用方高效率、低消耗地使用该产品；

（2）标准的实施为稀土贸易提供仲裁的依据，有利于市场公平交易环境的形成，能够更好地促进市场的规范化。

（3）标准的实施将进一步完善《稀土矿化学分析方法》的标准体系，与现行的《稀土矿中非稀土杂质化学分析方法》形成一套完整规范的国家标准系列，为推动中国稀土产业的规范有序稳步发展提供技术支撑。

六 采用国际标准和国外先进标准的情况

经查，国外无相同类型的标准。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 与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性国家标准的协调配套情况

本标准属于稀土精矿的化学分析方法标准。本标准与现行相关法律、法规、规章及相关标准和强制性国家标准无冲突。本标准与现行标准及制定中的标准无重复交叉情况。

八 重大分歧意见的处理经过和依据

无。

九 标准性质的建议说明

建议本标准的性质为推荐性国家标准。

十 贯彻标准的要求和措施建议

本标准修订后修改了了电感耦合等离子体发射光谱法并增加了X射线荧光光谱法方法，适用于稀土精矿中氟量的测定。建议相关生产单位和检测机构积极组织对修订标准的培训和宣贯，同时可向企业、公司和科研院校推荐本标准。

十一 废止现行相关标准的建议

建议在本标准发布实施之日起，代替GB/T 18114.11-2010《稀土精矿化学分析方法 第8部分：稀土氧化物量和配分量的测定》。

十二 其他应予说明的事项

无。

附件A：氧化镧精密度数据统计（方法2）

附件B：氧化铈精密度数据统计（方法2）

附件C：氧化镨精密度数据统计（方法2）

附件D：氧化钕精密度数据统计（方法2）

附件E：氧化钐精密度数据统计（方法2）

附件F：氧化铕精密度数据统计（方法2）

附件G：氧化钆精密度数据统计（方法2）

附件H：氧化钇精密度数据统计（方法2）

附件I：氧化铽精密度数据统计（方法2）

附件J：氧化镝精密度数据统计（方法2）

附件K：氧化钬精密度数据统计（方法2）

附件L：氧化铒精密度数据统计（方法2）

包头稀土研究院

2024年10月24日

**附件A：氧化镧精密度数据统计（方法2）**

**1** 各实验室实验数据

表A.1 各实验室实验数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 | 水平9 |
| 包头稀土研究院 | 15.011 | 10.399 | 8.101 | 26.069 | 23.870 | 21.600 | 12.519 | 12.013 | 10.516 |
| 15.055 | 10.335 | 8.113 | 26.113 | 23.970 | 21.679 | 12.485 | 12.013 | 10.542 |
| 14.934 | 10.337 | 8.099 | 26.030 | 23.850 | 21.604 | 12.482 | 12.025 | 10.501 |
| 15.085 | 10.336 | 8.141 | 25.993 | 23.882 | 21.639 | 12.511 | 12.040 | 10.484 |
| 14.944 | 10.346 | 8.141 | 26.059 | 23.939 | 21.564 | 12.520 | 12.016 | 10.504 |
| 15.001 | 10.339 | 8.098 | 26.150 | 23.956 | 21.574 | 12.527 | 11.992 | 10.464 |
| 虔东稀土集团股份有限公司 | 14.802 | 10.411 | 8.012 | 26.011 | 23.821 | 21.353 | 12.399 | 11.797 | 10.319 |
| 14.833 | 10.423 | 8.009 | 26.009 | 23.823 | 21.358 | 12.422 | 11.799 | 10.352 |
| 14.825 | 10.434 | 8.051 | 26.013 | 23.822 | 21.403 | 12.391 | 11.801 | 10.388 |
| 14.821 | 10.399 | 8.023 | 26.014 | 23.839 | 21.388 | 12.437 | 11.857 | 10.315 |
| 14.835 | 10.337 | 8.033 | 26.101 | 23.837 | 21.371 | 12.384 | 11.838 | 10.444 |
| 14.809 | 10.339 | 8.019 | 26.019 | 23.844 | 21.409 | 12.405 | 11.806 | 10.417 |
| 湖南稀土金属材料研究院有限责任公司 | 14.982 | 10.339 | 8.112 | 25.986 | 23.950 | 21.621 | 12.478 | 11.956 | 10.485 |
| 15.103 | 10.332 | 8.103 | 25.937 | 23.820 | 21.645 | 12.482 | 11.964 | 10.475 |
| 15.046 | 10.335 | 8.125 | 26.068 | 23.930 | 21.633 | 12.469 | 11.955 | 10.479 |
| 14.977 | 10.339 | 8.133 | 26.062 | 23.890 | 21.642 | 12.476 | 11.942 | 10.467 |
| 15.017 | 10.336 | 8.135 | 26.103 | 23.924 | 21.623 | 12.477 | 11.975 | 10.493 |
| 15.053 | 10.347 | 8.105 | 26.031 | 23.947 | 21.604 | 12.492 | 11.957 | 10.460 |
| 赣州艾科锐检测技术有限公司 | 14.815 | 10.433 | 8.035 | 25.829 | 23.826 | 21.363 | 12.423 | 11.808 | 10.405 |
| 14.826 | 10.425 | 8.029 | 25.510 | 23.833 | 21.382 | 12.439 | 11.803 | 10.349 |
| 14.829 | 10.428 | 8.019 | 25.835 | 23.841 | 21.379 | 12.435 | 11.804 | 10.411 |
| 14.828 | 10.429 | 8.059 | 25.867 | 23.842 | 21.379 | 12.386 | 11.817 | 10.402 |
| 14.829 | 10.419 | 8.067 | 25.906 | 23.836 | 21.351 | 12.391 | 11.812 | 10.391 |
| 14.825 | 10.421 | 8.037 | 25.828 | 23.839 | 21.367 | 12.415 | 11.821 | 10.386 |
| 钨与稀土 | 15.512 | 10.526 | 8.156 | 26.125 | 23.995 | 21.852 | 12.125 | 12.156 | 10.358 |
| 15.452 | 10.327 | 8.214 | 26.223 | 23.868 | 21.735 | 12.225 | 12.254 | 10.456 |
| 15.328 | 10.289 | 8.169 | 26.052 | 23.958 | 21.906 | 12.136 | 12.168 | 10.428 |
| 15.535 | 10.452 | 8.185 | 26.115 | 23.882 | 21.835 | 12.208 | 12.205 | 10.395 |
| 15.367 | 10.368 | 8.167 | 26.237 | 23.975 | 21.864 | 12.109 | 12.185 | 10.465 |
| 15.266 | 10.446 | 8.205 | 26.114 | 23.965 | 21.774 | 12.246 | 12.135 | 10.442 |
| 国标（北京）检验认证有限公司 | 15.158 | 11.011 | 8.688 | 26.553 | 24.707 | 22.458 |  |  |  |
| 15.189 | 10.965 | 8.642 | 26.701 | 24.701 | 22.482 |  |  |  |
| 15.196 | 11.017 | 8.670 | 26.447 | 24.654 | 22.447 |  |  |  |
| 15.166 | 11.008 | 8.698 | 26.525 | 24.674 | 22.394 |  |  |  |
| 15.225 | 10.996 | 8.668 | 26.401 | 24.699 | 22.366 |  |  |  |
| 15.164 | 11.025 | 8.696 | 26.417 | 24.679 | 22.434 |  |  |  |
| 国合通用（青岛）测试评价有限公司 | 14.821 | 10.246 | 7.951 | 25.869 | 23.681 | 21.500 |  |  |  |
| 14.859 | 10.257 | 8.125 | 26.013 | 23.775 | 21.579 |  |  |  |
| 14.734 | 10.264 | 7.952 | 25.903 | 23.817 | 21.504 |  |  |  |
| 14.730 | 10.258 | 8.038 | 25.853 | 23.793 | 21.539 |  |  |  |
| 14.844 | 10.260 | 7.976 | 25.959 | 23.862 | 21.664 |  |  |  |
| 14.901 | 10.256 | 8.015 | 26.150 | 23.852 | 21.674 |  |  |  |

表A.2 各单元平均值（%）

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 | 水平9 |
| 包头稀土研究院 | 15.0050 | 10.3487 | 8.1155 | 26.0690 | 23.9112 | 21.6100 | 12.5073 | 12.0165 | 10.5018 |
| 虔东稀土集团股份有限公司 | 14.8208 | 10.3905 | 8.0245 | 26.0278 | 23.8310 | 21.3803 | 12.4063 | 11.8163 | 10.3725 |
| 湖南稀土金属材料研究院有限责任公司 | 15.0297 | 10.3380 | 8.1188 | 26.0312 | 23.9102 | 21.6280 | 12.4790 | 11.9582 | 10.4765 |
| 赣州艾科锐检测技术有限公司 | 14.8253 | 10.4258 | 8.0410 | 25.7958 | 23.8362 | 21.3702 | 12.4148 | 11.8108 | 10.3907 |
| 钨与稀土 | 15.4100 | 10.4013 | 8.1827 | 26.1443 | 23.9405 | 21.8277 | 12.1748 | 12.1838 | 10.4240 |
| 国标（北京）检验认证有限公司 | 15.1830 | 11.0037 | 8.6770 | 26.5073 | 24.6857 | 22.4302 |  |  |  |
| 国合通用（青岛）测试评价有限公司 | 14.8148 | 10.2568 | 8.0095 | 25.9578 | 23.7967 | 21.5767 |  |  |  |

表A.3 各单元的标准差

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 | 水平9 |
| 包头稀土研究院 | 0.059521 | 0.024969 | 0.020472 | 0.056381 | 0.050066 | 0.042778 | 0.019169 | 0.015808 | 0.026716 |
| 虔东稀土集团股份有限公司 | 0.013121 | 0.042321 | 0.015515 | 0.036002 | 0.010139 | 0.023355 | 0.019876 | 0.025057 | 0.052766 |
| 湖南稀土金属材料研究院有限责任公司 | 0.047740 | 0.005138 | 0.014063 | 0.060622 | 0.049122 | 0.015232 | 0.007642 | 0.010907 | 0.011962 |
| 赣州艾科锐检测技术有限公司 | 0.0053 | 0.0052 | 0.0183 | 0.1432 | 0.0060 | 0.0120 | 0.0222 | 0.0072 | 0.0224 |
| 钨与稀土 | 0.1069 | 0.0887 | 0.0229 | 0.0714 | 0.0524 | 0.0626 | 0.0583 | 0.0419 | 0.0406 |
| 国标（北京）检验认证有限公司 | 0.0255 | 0.0213 | 0.0213 | 0.1123 | 0.0203 | 0.0429 |  |  |  |
| 国合通用（青岛）测试评价有限公司 | 0.0693 | 0.0060 | 0.0664 | 0.1112 | 0.0657 | 0.0770 |  |  |  |

2 一致性和离群值的检查

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 柯克伦检验

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室i | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 | 水平9 |
| Smax实验室 | 钨与稀土 | 钨与稀土 | 国合通用（青岛）测试评价有限公司 | 赣州艾科锐检测技术有限公司 | 国合通用（青岛）测试评价有限公司 | 国合通用（青岛）测试评价有限公司 | 钨与稀土 | 钨与稀土 | 虔东稀土集团股份有限公司 |
| Smax值 | 0.106866 | 0.088724 | 0.066383 | 0.143228 | 0.065735 | 0.077050 | 0.058321 | 0.041911 | 0.052766 |
| ∑S2 | 2.2890E-02 | 1.0828E-02 | 6.5817E-03 | 5.8730E-02 | 1.2539E-02 | 1.4440E-02 | 4.7137E-03 | 2.8051E-03 | 5.7906E-03 |
| C | 0.4989 | 0.7270 | 0.6695 | 0.3493 | 0.3446 | 0.4111 | 0.7216 | 0.6262 | 0.4808 |
| 离群值（Y/N） | Y | Y | Y | N | N | N | Y | Y | N |
| 歧离值（Y/N） | N | N | N | N | N | Y | N | N | N |
| C临界 | 临界值C(0.01,5,6)=0.5875 临界值C(0.05,5,6)=0.5063  临界值C(0.01,7,6)=0.4659 临界值C(0.05,7,6)=0.3972 | | | | | | | | |

2.2 格拉布斯检验

表A.5 格拉布斯检验

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 统计量 | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 | 水平9 |
| 均值的平均值 | 15.01267 | 10.45212 | 8.16700 | 26.07619 | 23.98733 | 21.68900 | 12.39647 | 11.95713 | 10.43310 |
| 均值的标准差 | 2.2296E-01 | 2.4938E-01 | 2.3320E-01 | 2.1892E-01 | 3.1232E-01 | 3.6241E-01 | 1.3101E-01 | 1.5504E-01 | 5.5144E-02 |
| 最大均值 | 15.4100 | 11.0037 | 8.6770 | 26.5073 | 24.6857 | 22.4302 | 12.5073 | 12.1838 | 10.5018 |
| 最小均值 | 14.8148 | 10.2568 | 8.0095 | 25.7958 | 23.7967 | 21.3702 | 12.1748 | 11.8108 | 10.3725 |
| Gmax | 1.782 | 2.212 | 2.187 | 1.969 | 2.236 | 2.045 | 0.846 | 1.462 | 1.246 |
| Gmin | 0.887 | 0.783 | 0.675 | 1.281 | 0.610 | 0.880 | 1.692 | 0.944 | 1.099 |
| G临界 | 临界值G(0.01,5)= 1.764 临界值G(0.05,5)= 1.715  临界值G(0.01,7)= 2.139 临界值G(0.05,7)= 2.020 | | | | | | | | |

2.3 Sr、SR、r与R的计算

表A.6 精密度计算数据

|  | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 | 水平9 |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 总平均值 | 15.013 | 10.452 | 8.167 | 26.076 | 23.987 | 21.689 | 12.396 | 11.957 | 10.433 |
| T1 | 630.532 | 438.989 | 343.014 | 1095.2 | 1007.468 | 910.938 | 371.894 | 358.714 | 312.993 |
| T2 | 9465.966739 | 4588.365289 | 2801.395338 | 28558.64381 | 24166.47074 | 19757.33428 | 4610.171575 | 4289.191127 | 3265.487268 |
| T3 | 42 | 42 | 42 | 42 | 42 | 42 | 30 | 30 | 30 |
| T4 | 252 | 252 | 252 | 252 | 252 | 252 | 180 | 180 | 180 |
| T5 | 1.1445E-01 | 5.4141E-02 | 3.2909E-02 | 2.9365E-01 | 6.2693E-02 | 7.2200E-02 | 2.3568E-02 | 1.4025E-02 | 2.8953E-02 |
| P | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 | 5 | 5 | 5 |
| Sr2 | 0.003270067 | 0.00154689 | 0.000940248 | 0.008389943 | 0.001791219 | 0.002062848 | 0.000942733 | 0.000561013 | 0.001158127 |
| SL2 | 0.000545011 | 0.000257815 | 0.000156708 | 0.001398324 | 0.000298537 | 0.000343808 | 0.000157122 | 9.35022E-05 | 0.000193021 |
| SR2 | 0.003815078 | 0.001804706 | 0.001096956 | 0.009788267 | 0.002089756 | 0.002406656 | 0.001099856 | 0.000654516 | 0.001351148 |
| m | 15.01266667 | 10.45211905 | 8.167 | 26.07619048 | 23.98733333 | 21.689 | 12.39646667 | 11.95713333 | 10.4331 |
| Sr | 0.057184 | 0.039331 | 0.030663 | 0.091597 | 0.042323 | 0.045419 | 0.030704 | 0.023686 | 0.034031 |
| SR | 0.061766 | 0.042482 | 0.033120 | 0.098936 | 0.045714 | 0.049058 | 0.033164 | 0.025584 | 0.036758 |
| r | 0.160117 | 0.110125 | 0.085858 | 0.256471 | 0.118504 | 0.127172 | 0.085971 | 0.066320 | 0.095288 |
| R | 0.172946 | 0.118949 | 0.092737 | 0.277020 | 0.127999 | 0.137361 | 0.092859 | 0.071634 | 0.102922 |

注：鉴于X射线荧光（XRF）光谱法具有极佳的重复性和精密度，大多数室内标准偏差非常小。因此，当实验室内数据或不同实验室间数据出现轻微偏差时，这些数据若被判定为离群值或异常值而被舍弃，将导致无法进行有效统计或出现统计异常。因此，本文在数据计算时未对这些数据进行剔除。

**附件B：氧化铈精密度数据统计（方法2）**

**1** 各实验室实验数据

表B.1 各实验室实验数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 | 水平9 |
| 包头稀土研究院 | 27.289 | 20.090 | 14.671 | 34.823 | 31.733 | 28.685 | 26.142 | 24.449 | 21.448 |
| 27.246 | 19.965 | 14.672 | 34.857 | 31.810 | 28.751 | 26.085 | 24.494 | 21.420 |
| 27.120 | 19.972 | 14.643 | 34.711 | 31.644 | 28.666 | 26.080 | 24.502 | 21.377 |
| 27.377 | 19.930 | 14.682 | 34.839 | 31.698 | 28.696 | 26.106 | 24.506 | 21.410 |
| 27.106 | 20.023 | 14.685 | 34.779 | 31.784 | 28.659 | 26.120 | 24.474 | 21.397 |
| 27.168 | 19.962 | 14.665 | 34.942 | 31.782 | 28.665 | 26.140 | 24.452 | 21.374 |
| 虔东稀土集团股份有限公司 | 27.101 | 19.819 | 14.423 | 34.689 | 31.573 | 27.861 | 26.287 | 24.432 | 21.788 |
| 27.114 | 19.791 | 14.399 | 34.672 | 31.592 | 27.911 | 26.266 | 24.424 | 21.695 |
| 27.204 | 19.699 | 14.406 | 34.683 | 31.601 | 27.922 | 26.275 | 24.469 | 21.731 |
| 27.109 | 19.807 | 14.415 | 34.681 | 31.573 | 27.899 | 26.301 | 24.503 | 21.751 |
| 27.123 | 19.811 | 14.427 | 34.677 | 31.527 | 27.887 | 26.283 | 24.416 | 21.696 |
| 27.110 | 19.823 | 14.411 | 34.685 | 31.552 | 27.906 | 26.311 | 24.507 | 21.723 |
| 湖南稀土金属材料研究院有限责任公司 | 27.112 | 20.018 | 14.689 | 34.853 | 31.739 | 28.691 | 26.074 | 24.378 | 21.456 |
| 27.263 | 19.982 | 14.678 | 35.062 | 31.762 | 28.645 | 26.097 | 24.369 | 21.447 |
| 27.202 | 20.012 | 14.687 | 33.856 | 31.824 | 28.657 | 26.087 | 24.385 | 21.463 |
| 27.125 | 19.967 | 14.696 | 34.925 | 31.775 | 28.661 | 26.132 | 24.392 | 21.471 |
| 27.289 | 19.971 | 14.691 | 34.881 | 31.698 | 28.647 | 26.113 | 24.379 | 21.462 |
| 27.103 | 20.032 | 14.675 | 34.907 | 31.806 | 28.643 | 26.109 | 24.365 | 21.458 |
| 赣州艾科锐检测技术有限公司 | 27.118 | 19.798 | 14.481 | 34.699 | 31.555 | 27.923 | 26.277 | 24.479 | 21.655 |
| 27.121 | 19.816 | 14.501 | 34.677 | 31.581 | 27.854 | 26.308 | 24.507 | 21.702 |
| 27.208 | 19.801 | 14.473 | 34.692 | 31.553 | 27.798 | 26.299 | 24.441 | 21.717 |
| 27.128 | 19.734 | 14.435 | 34.616 | 31.556 | 27.824 | 26.285 | 24.403 | 21.669 |
| 27.128 | 19.775 | 14.456 | 34.678 | 31.571 | 27.833 | 26.301 | 24.424 | 21.672 |
| 27.121 | 19.811 | 14.434 | 34.671 | 31.576 | 27.844 | 26.275 | 24.462 | 21.681 |
| 钨与稀土 | 26.914 | 19.865 | 14.558 | 34.953 | 31.685 | 28.325 | 26.625 | 24.158 | 21.654 |
| 26.725 | 19.954 | 14.606 | 35.023 | 31.747 | 28.445 | 26.598 | 24.255 | 21.528 |
| 26.956 | 19.753 | 14.543 | 35.134 | 31.635 | 28.362 | 26.634 | 24.249 | 21.598 |
| 26.832 | 19.952 | 14.584 | 34.992 | 31.678 | 28.397 | 26.642 | 24.168 | 21.625 |
| 26.814 | 19.862 | 14.619 | 34.985 | 31.732 | 28.432 | 26.618 | 24.178 | 21.538 |
| 26.903 | 19.729 | 14.615 | 35.096 | 31.765 | 28.348 | 26.637 | 24.246 | 21.624 |
| 国标（北京）检验认证有限公司 | 27.703 | 20.360 | 14.825 | 34.192 | 31.841 | 29.032 |  |  |  |
| 27.746 | 20.197 | 14.775 | 34.169 | 31.813 | 28.862 |  |  |  |
| 27.716 | 20.652 | 14.854 | 34.236 | 31.772 | 28.988 |  |  |  |
| 27.714 | 20.118 | 14.840 | 34.038 | 32.197 | 28.939 |  |  |  |
| 27.782 | 20.392 | 14.824 | 34.269 | 31.891 | 29.244 |  |  |  |
| 27.694 | 20.369 | 14.875 | 34.256 | 31.875 | 28.991 |  |  |  |
| 国合通用（青岛）测试评价有限公司 | 27.436 | 20.190 | 14.763 | 34.823 | 31.733 | 28.683 |  |  |  |
| 27.439 | 20.183 | 14.843 | 34.857 | 31.810 | 28.767 |  |  |  |
| 27.378 | 20.212 | 14.748 | 34.711 | 31.644 | 28.638 |  |  |  |
| 14.730 | 10.258 | 8.038 | 25.853 | 23.793 | 21.539 |  |  |  |
| 14.844 | 10.260 | 7.976 | 25.959 | 23.862 | 21.664 |  |  |  |
| 14.901 | 10.256 | 8.015 | 26.150 | 23.852 | 21.674 |  |  |  |

表B.2 各单元平均值（%）

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 | 水平9 |
| 包头稀土研究院 | 27.2177 | 19.9903 | 14.6697 | 34.8252 | 31.7418 | 28.6870 | 26.1122 | 24.4795 | 21.4043 |
| 虔东稀土集团股份有限公司 | 27.1268 | 19.7917 | 14.4135 | 34.6812 | 31.5697 | 27.8977 | 26.2872 | 24.4585 | 21.7307 |
| 湖南稀土金属材料研究院有限责任公司 | 27.1823 | 19.9970 | 14.6860 | 34.7473 | 31.7673 | 28.6573 | 26.1020 | 24.3780 | 21.4595 |
| 赣州艾科锐检测技术有限公司 | 27.1373 | 19.7892 | 14.4633 | 34.6722 | 31.5653 | 27.8460 | 26.2908 | 24.4527 | 21.6827 |
| 钨与稀土 | 26.8573 | 19.8525 | 14.5875 | 35.0305 | 31.7070 | 28.3848 | 26.6257 | 24.2090 | 21.5945 |
| 国标（北京）检验认证有限公司 | 27.7258 | 20.3480 | 14.8322 | 34.1933 | 31.8982 | 29.0093 |  |  |  |
| 国合通用（青岛）测试评价有限公司 | 27.4155 | 20.1463 | 14.7807 | 34.8252 | 31.7418 | 28.6818 |  |  |  |

表B.3 各单元的标准差

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 | 水平9 |
| 包头稀土研究院 | 0.105597 | 0.057309 | 0.015016 | 0.077492 | 0.062624 | 0.034322 | 0.026596 | 0.025042 | 0.027948 |
| 虔东稀土集团股份有限公司 | 0.038478 | 0.046745 | 0.010464 | 0.006014 | 0.026964 | 0.021445 | 0.016570 | 0.040352 | 0.035308 |
| 湖南稀土金属材料研究院有限责任公司 | 0.080993 | 0.027174 | 0.008000 | 0.442624 | 0.045614 | 0.017952 | 0.020513 | 0.009960 | 0.008019 |
| 赣州艾科锐检测技术有限公司 | 0.0349 | 0.0305 | 0.0266 | 0.0294 | 0.0121 | 0.0423 | 0.0137 | 0.0378 | 0.0229 |
| 钨与稀土 | 0.0837 | 0.0955 | 0.0315 | 0.0702 | 0.0492 | 0.0479 | 0.0161 | 0.0454 | 0.0509 |
| 国标（北京）检验认证有限公司 | 0.0327 | 0.1847 | 0.0339 | 0.0851 | 0.1525 | 0.1289 |  |  |  |
| 国合通用（青岛）测试评价有限公司 | 0.0934 | 0.0579 | 0.0689 | 0.0775 | 0.0626 | 0.0444 |  |  |  |

2 一致性和离群值的检查

2.1 柯克伦检验

按柯克伦检验统计量计算结果如表B.4。

表B.4 柯克伦检验

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室i | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 | 水平9 |
| Smax实验室 | 包头稀土研究院 | 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 | 湖南稀土金属材料研究院有限责任公司 | 国标（北京）检验认证有限公司 | 国标（北京）检验认证有限公司 | 包头稀土研究院 | 钨与稀土 | 钨与稀土 |
| Smax值 | 0.105597 | 0.184737 | 0.068931 | 0.442624 | 0.152531 | 0.128862 | 0.026596 | 0.045449 | 0.050926 |
| ∑S2 | 3.7202E-02 | 5.3739E-02 | 8.0012E-03 | 2.2099E-01 | 3.6484E-02 | 2.4621E-02 | 1.8488E-03 | 5.8517E-03 | 5.2098E-03 |
| C | 0.2997 | 0.6351 | 0.5938 | 0.8865 | 0.6377 | 0.6745 | 0.3826 | 0.3530 | 0.4978 |
| 离群值（Y/N） | N | Y | Y | Y | Y | Y | N | N | N |
| 歧离值（Y/N） | N | N | N | N | N | Y | N | N | N |
| C临界 | 临界值C(0.01,5,6)=0.5875 临界值C(0.05,5,6)=0.5063  临界值C(0.01,7,6)=0.4659 临界值C(0.05,7,6)=0.3972 | | | | | | | | |

2.2 格拉布斯检验

表B.5 格拉布斯检验

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 统计量 | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 | 水平9 |
| 均值的平均值 | 27.23755 | 19.98786 | 14.63326 | 34.71069 | 31.71302 | 28.45200 | 26.28357 | 24.39553 | 21.57433 |
| 均值的标准差 | 2.7092E-01 | 2.0461E-01 | 1.5528E-01 | 2.5815E-01 | 1.1640E-01 | 4.3586E-01 | 2.1180E-01 | 1.1111E-01 | 1.4024E-01 |
| 最大均值 | 27.7258 | 20.3480 | 14.8322 | 35.0305 | 31.8982 | 29.0093 | 26.6257 | 24.4795 | 21.7307 |
| 最小均值 | 26.8573 | 19.7892 | 14.4135 | 34.1933 | 31.5653 | 27.8460 | 26.1020 | 24.2090 | 21.4043 |
| Gmax | 1.802 | 1.760 | 1.281 | 1.239 | 1.591 | 1.279 | 1.615 | 0.756 | 1.115 |
| Gmin | 1.403 | 0.971 | 1.415 | 2.004 | 1.269 | 1.390 | 0.857 | 1.679 | 1.212 |
| G临界 | 临界值G(0.01,5)= 1.764 临界值G(0.05,5)= 1.715  临界值G(0.01,7)= 2.139 临界值G(0.05,7)= 2.020 | | | | | | | | |

2.3 Sr、SR、r与R的计算

表B.6 精密度计算数据

|  | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 | 水平9 |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 总平均值 | 27.238 | 19.988 | 14.633 | 34.711 | 31.713 | 28.452 | 26.284 | 24.396 | 21.574 |
| T1 | 1143.977 | 839.49 | 614.597 | 1457.849 | 1331.947 | 1194.984 | 788.507 | 731.866 | 647.23 |
| T2 | 31159.12801 | 16779.60619 | 8993.558867 | 50602.9454 | 42240.06692 | 33999.68477 | 20724.7763 | 17854.2614 | 13963.55576 |
| T3 | 42 | 42 | 42 | 42 | 42 | 42 | 30 | 30 | 30 |
| T4 | 252 | 252 | 252 | 252 | 252 | 252 | 180 | 180 | 180 |
| T5 | 1.8601E-01 | 2.6869E-01 | 4.0006E-02 | 1.1050E+00 | 1.8242E-01 | 1.2310E-01 | 9.2438E-03 | 2.9258E-02 | 2.6049E-02 |
| P | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 | 5 | 5 | 5 |
| Sr2 | 0.005314643 | 0.007676981 | 0.001143024 | 0.031570043 | 0.005212014 | 0.003517248 | 0.000369753 | 0.001170333 | 0.00104196 |
| SL2 | 0.000885774 | 0.001279497 | 0.000190504 | 0.005261674 | 0.000868669 | 0.000586208 | 6.16256E-05 | 0.000195056 | 0.00017366 |
| SR2 | 0.006200417 | 0.008956478 | 0.001333528 | 0.036831717 | 0.006080683 | 0.004103456 | 0.000431379 | 0.001365389 | 0.00121562 |
| m | 27.23754762 | 19.98785714 | 14.6332619 | 34.71069048 | 31.71302381 | 28.452 | 26.28356667 | 24.39553333 | 21.57433333 |
| Sr | 0.072902 | 0.087618 | 0.033809 | 0.177680 | 0.072194 | 0.059306 | 0.019229 | 0.034210 | 0.032279 |
| SR | 0.078743 | 0.094639 | 0.036517 | 0.191916 | 0.077979 | 0.064058 | 0.020770 | 0.036951 | 0.034866 |
| r | 0.204124 | 0.245331 | 0.094664 | 0.497503 | 0.202144 | 0.166058 | 0.053841 | 0.095788 | 0.090382 |
| R | 0.220480 | 0.264988 | 0.102249 | 0.537365 | 0.218340 | 0.179363 | 0.058155 | 0.103463 | 0.097624 |

注：鉴于X射线荧光（XRF）光谱法具有极佳的重复性和精密度，大多数室内标准偏差非常小。因此，当实验室内数据或不同实验室间数据出现轻微偏差时，这些数据若被判定为离群值或异常值而被舍弃，将导致无法进行有效统计或出现统计异常。因此，本文在数据计算时未对这些数据进行剔除。

**附件C：氧化镨精密度数据统计（方法2）**

**1** 各实验室实验数据

表C.1 各实验室实验数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 | 水平9 |
| 包头稀土研究研究 | 2.427 | 1.879 | 1.357 | 2.472 | 2.269 | 2.048 | 2.770 | 2.540 | 2.265 |
| 2.429 | 1.890 | 1.357 | 2.490 | 2.275 | 2.062 | 2.770 | 2.517 | 2.283 |
| 2.392 | 1.880 | 1.367 | 2.480 | 2.234 | 2.047 | 2.788 | 2.524 | 2.277 |
| 2.467 | 1.893 | 1.368 | 2.496 | 2.248 | 2.046 | 2.778 | 2.529 | 2.283 |
| 2.407 | 1.909 | 1.368 | 2.500 | 2.256 | 2.047 | 2.787 | 2.512 | 2.269 |
| 2.406 | 1.866 | 1.372 | 2.527 | 2.258 | 2.029 | 2.754 | 2.509 | 2.286 |
| 虔东稀土集团股份有限公司 | 2.577 | 1.893 | 1.334 | 2.494 | 2.335 | 2.159 | 2.781 | 2.572 | 2.309 |
| 2.581 | 1.871 | 1.331 | 2.504 | 2.313 | 2.161 | 2.773 | 2.531 | 2.305 |
| 2.579 | 1.901 | 1.316 | 2.511 | 2.312 | 2.153 | 2.795 | 2.539 | 2.295 |
| 2.586 | 1.911 | 1.319 | 2.487 | 2.329 | 2.171 | 2.803 | 2.525 | 2.229 |
| 2.571 | 1.907 | 1.322 | 2.491 | 2.311 | 2.151 | 2.785 | 2.524 | 2.308 |
| 2.579 | 1.899 | 1.329 | 2.502 | 2.337 | 2.156 | 2.799 | 2.565 | 2.291 |
| 湖南稀土金属材料研究院有限责任公司 | 2.436 | 1.902 | 1.369 | 2.486 | 2.271 | 2.037 | 2.850 | 2.570 | 2.302 |
| 2.439 | 1.896 | 1.372 | 2.408 | 2.245 | 2.052 | 2.870 | 2.575 | 2.298 |
| 2.442 | 1.914 | 1.377 | 2.458 | 2.264 | 2.041 | 2.868 | 2.569 | 2.306 |
| 2.438 | 1.867 | 1.381 | 2.509 | 2.239 | 2.049 | 2.875 | 2.582 | 2.311 |
| 2.437 | 1.889 | 1.378 | 2.482 | 2.267 | 2.044 | 2.859 | 2.574 | 2.304 |
| 2.448 | 1.906 | 1.377 | 2.495 | 2.242 | 2.031 | 2.864 | 2.576 | 2.300 |
| 赣州艾科锐检测技术有限公司 | 2.587 | 1.825 | 1.337 | 2.756 | 2.336 | 2.149 | 2.774 | 2.549 | 2.278 |
| 2.586 | 1.823 | 1.327 | 2.778 | 2.334 | 2.157 | 2.789 | 2.507 | 2.299 |
| 2.581 | 1.851 | 1.319 | 2.769 | 2.327 | 2.161 | 2.765 | 2.527 | 2.284 |
| 2.584 | 1.901 | 1.331 | 2.758 | 2.326 | 2.158 | 2.783 | 2.557 | 2.301 |
| 2.578 | 1.879 | 1.338 | 2.768 | 2.322 | 2.163 | 2.784 | 2.554 | 2.308 |
| 2.576 | 1.823 | 1.321 | 2.766 | 2.337 | 2.156 | 2.791 | 2.563 | 2.283 |
| 钨与稀土 | 2.227 | 1.825 | 1.315 | 2.238 | 2.158 | 2.096 | 2.568 | 2.489 | 2.078 |
| 2.342 | 1.795 | 1.327 | 2.335 | 2.203 | 2.112 | 2.635 | 2.468 | 2.105 |
| 2.308 | 1.814 | 1.318 | 2.265 | 2.186 | 2.107 | 2.624 | 2.469 | 2.069 |
| 2.268 | 1.809 | 1.332 | 2.293 | 2.219 | 2.086 | 2.584 | 2.475 | 2.101 |
| 2.246 | 1.818 | 1.327 | 2.312 | 2.202 | 2.132 | 2.537 | 2.468 | 2.115 |
| 2.326 | 1.832 | 1.312 | 2.286 | 2.188 | 2.129 | 2.613 | 2.458 | 2.086 |
| 国标（北京）检验认证有限公司 | 2.460 | 1.883 | 1.249 | 2.652 | 2.593 | 2.349 |  |  |  |
| 2.467 | 1.857 | 1.243 | 2.664 | 2.608 | 2.340 |  |  |  |
| 2.446 | 1.844 | 1.249 | 2.653 | 2.601 | 2.343 |  |  |  |
| 2.438 | 1.815 | 1.248 | 2.612 | 2.601 | 2.345 |  |  |  |
| 2.446 | 1.865 | 1.244 | 2.604 | 2.609 | 2.331 |  |  |  |
| 2.432 | 1.866 | 1.243 | 2.643 | 2.612 | 2.343 |  |  |  |
| 国合通用（青岛）测试评价有限公司 | 2.338 | 1.859 | 1.347 | 2.512 | 2.279 | 2.113 |  |  |  |
| 2.315 | 1.870 | 1.357 | 2.523 | 2.273 | 2.089 |  |  |  |
| 2.283 | 1.870 | 1.357 | 2.490 | 2.287 | 2.071 |  |  |  |
| 2.359 | 1.884 | 1.348 | 2.496 | 2.262 | 2.066 |  |  |  |
| 2.327 | 1.879 | 1.358 | 2.510 | 2.259 | 2.061 |  |  |  |
| 2.312 | 1.855 | 1.352 | 2.507 | 2.274 | 2.109 |  |  |  |

表C.2 各单元平均值（%）

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 | 水平9 |
| 包头稀土研究院 | 2.4213 | 1.8862 | 1.3648 | 2.4942 | 2.2567 | 2.0465 | 2.7745 | 2.5218 | 2.2772 |
| 虔东稀土集团股份有限公司 | 2.5788 | 1.8970 | 1.3252 | 2.4982 | 2.3228 | 2.1585 | 2.7893 | 2.5427 | 2.2895 |
| 湖南稀土金属材料研究院有限责任公司 | 2.4400 | 1.8957 | 1.3757 | 2.4730 | 2.2547 | 2.0423 | 2.8643 | 2.5743 | 2.3035 |
| 赣州艾科锐检测技术有限公司 | 2.5820 | 1.8503 | 1.3288 | 2.7658 | 2.3303 | 2.1573 | 2.7810 | 2.5428 | 2.2922 |
| 钨与稀土 | 2.2862 | 1.8155 | 1.3218 | 2.2882 | 2.1927 | 2.1103 | 2.5935 | 2.4712 | 2.0923 |
| 国标（北京）检验认证有限公司 | 2.4482 | 1.8550 | 1.2460 | 2.6380 | 2.6040 | 2.3418 |  |  |  |
| 国合通用（青岛）测试评价有限公司 | 2.3223 | 1.8695 | 1.3532 | 2.5063 | 2.2723 | 2.0848 |  |  |  |

表C.3 各单元的标准差

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 | 水平9 |
| 包头稀土研究院 | 0.026372 | 0.014689 | 0.006306 | 0.019104 | 0.014692 | 0.010483 | 0.012740 | 0.011583 | 0.008495 |
| 虔东稀土集团股份有限公司 | 0.004916 | 0.014199 | 0.007195 | 0.009020 | 0.012172 | 0.007148 | 0.011553 | 0.020829 | 0.030514 |
| 湖南稀土金属材料研究院有限责任公司 | 0.004427 | 0.016428 | 0.004367 | 0.036000 | 0.014180 | 0.007737 | 0.008869 | 0.004676 | 0.004637 |
| 赣州艾科锐检测技术有限公司 | 0.0044 | 0.0332 | 0.0080 | 0.0080 | 0.0062 | 0.0048 | 0.0098 | 0.0215 | 0.0121 |
| 钨与稀土 | 0.0461 | 0.0129 | 0.0079 | 0.0342 | 0.0208 | 0.0181 | 0.0373 | 0.0103 | 0.0175 |
| 国标（北京）检验认证有限公司 | 0.0132 | 0.0234 | 0.0030 | 0.0243 | 0.0070 | 0.0061 |  |  |  |
| 国合通用（青岛）测试评价有限公司 | 0.0258 | 0.0111 | 0.0049 | 0.0118 | 0.0105 | 0.0224 |  |  |  |

2 一致性和离群值的检查

2.1 柯克伦检验

按柯克伦检验统计量计算结果如表C.4。

表C.4 柯克伦检验

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室i | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 | 水平9 |
| Smax实验室 | 钨与稀土 | 赣州艾科锐检测技术有限公司 | 钨与稀土 | 湖南稀土金属材料研究院有限责任公司 | 钨与稀土 | 国合通用（青岛）测试评价有限公司 | 钨与稀土 | 赣州艾科锐检测技术有限公司 | 虔东稀土集团股份有限公司 |
| Smax值 | 0.046097 | 0.033243 | 0.007960 | 0.036000 | 0.020762 | 0.022400 | 0.037324 | 0.021470 | 0.030514 |
| ∑S2 | 3.7214E-03 | 2.6293E-03 | 2.6950E-04 | 3.7053E-03 | 1.1923E-03 | 1.1089E-03 | 1.8639E-03 | 1.1570E-03 | 1.4780E-03 |
| C | 0.5710 | 0.4203 | 0.2351 | 0.3498 | 0.3615 | 0.4525 | 0.7474 | 0.3984 | 0.6300 |
| 离群值（Y/N） | Y | N | N | N | N | N | Y | N | Y |
| 歧离值（Y/N） | N | Y | N | N | N | Y | N | N | N |
| C临界 | 临界值C(0.01,5,6)=0.5875 临界值C(0.05,5,6)=0.5063  临界值C(0.01,7,6)=0.4659 临界值C(0.05,7,6)=0.3972 | | | | | | | | |

2.2 格拉布斯检验

表C.5 格拉布斯检验

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 统计量 | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 | 水平9 |
| 均值的平均值 | 2.43983 | 1.86702 | 1.33079 | 2.52338 | 2.31907 | 2.13452 | 2.76053 | 2.53057 | 2.25093 |
| 均值的标准差 | 1.1355E-01 | 2.9352E-02 | 4.2776E-02 | 1.4808E-01 | 1.3387E-01 | 1.0277E-01 | 1.0015E-01 | 3.8135E-02 | 8.9153E-02 |
| 最大均值 | 2.5820 | 1.8970 | 1.3757 | 2.7658 | 2.6040 | 2.3418 | 2.8643 | 2.5743 | 2.3035 |
| 最小均值 | 2.2862 | 1.8155 | 1.2460 | 2.2882 | 2.1927 | 2.0423 | 2.5935 | 2.4712 | 2.0923 |
| Gmax | 1.252 | 1.021 | 1.049 | 1.637 | 2.128 | 2.017 | 1.036 | 1.148 | 0.590 |
| Gmin | 1.353 | 1.755 | 1.982 | 1.588 | 0.944 | 0.897 | 1.668 | 1.558 | 1.779 |
| G临界 | 临界值G(0.01,5)= 1.764 临界值G(0.05,5)= 1.715  临界值G(0.01,7)= 2.139 临界值G(0.05,7)= 2.020 | | | | | | | | |

2.3 Sr、SR、r与R的计算

表C.6 精密度计算数据

|  | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 | 水平9 |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 总平均值 | 2.440 | 1.867 | 1.331 | 2.523 | 2.319 | 2.135 | 2.761 | 2.531 | 2.251 |
| T1 | 102.473 | 78.415 | 55.893 | 105.982 | 97.401 | 89.65 | 82.816 | 75.917 | 67.528 |
| T2 | 250.0170412 | 146.402672 | 74.38160593 | 267.4329601 | 225.8798762 | 191.3600595 | 228.6163285 | 192.1130296 | 152.0010261 |
| T3 | 42 | 42 | 42 | 42 | 42 | 42 | 30 | 30 | 30 |
| T4 | 252 | 252 | 252 | 252 | 252 | 252 | 180 | 180 | 180 |
| T5 | 1.8607E-02 | 1.3147E-02 | 1.3475E-03 | 1.8527E-02 | 5.9615E-03 | 5.5447E-03 | 9.3197E-03 | 5.7852E-03 | 7.3900E-03 |
| P | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 | 5 | 5 | 5 |
| Sr2 | 0.000531633 | 0.000375614 | 3.85E-05 | 0.000529333 | 0.000170329 | 0.000158419 | 0.000372787 | 0.000231407 | 0.0002956 |
| SL2 | 8.86056E-05 | 6.26024E-05 | 6.41667E-06 | 8.82222E-05 | 2.83881E-05 | 2.64032E-05 | 6.21311E-05 | 3.85678E-05 | 4.92667E-05 |
| SR2 | 0.000620239 | 0.000438217 | 4.49167E-05 | 0.000617556 | 0.000198717 | 0.000184822 | 0.000434918 | 0.000269974 | 0.000344867 |
| m | 2.439833333 | 1.86702381 | 1.330785714 | 2.523380952 | 2.319071429 | 2.13452381 | 2.760533333 | 2.530566667 | 2.250933333 |
| Sr | 0.023057 | 0.019381 | 0.006205 | 0.023007 | 0.013051 | 0.012586 | 0.019308 | 0.015212 | 0.017193 |
| SR | 0.024905 | 0.020934 | 0.006702 | 0.024851 | 0.014097 | 0.013595 | 0.020855 | 0.016431 | 0.018571 |
| r | 0.064560 | 0.054266 | 0.017374 | 0.064420 | 0.036543 | 0.035242 | 0.054062 | 0.042594 | 0.048140 |
| R | 0.069733 | 0.058614 | 0.018766 | 0.069582 | 0.039471 | 0.038066 | 0.058393 | 0.046007 | 0.051998 |

注：鉴于X射线荧光（XRF）光谱法具有极佳的重复性和精密度，大多数室内标准偏差非常小。因此，当实验室内数据或不同实验室间数据出现轻微偏差时，这些数据若被判定为离群值或异常值而被舍弃，将导致无法进行有效统计或出现统计异常。因此，本文在数据计算时未对这些数据进行剔除。

**附件D：氧化钕精密度数据统计（方法2）**

**1** 各实验室实验数据

表D.1 各实验室实验数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 | 水平9 |
| 包头稀土研究院 | 7.255 | 6.165 | 4.102 | 6.958 | 6.488 | 6.075 | 9.713 | 8.667 | 8.060 |
| 7.252 | 6.132 | 4.121 | 6.987 | 6.516 | 6.087 | 9.699 | 8.652 | 8.064 |
| 7.201 | 6.155 | 4.107 | 6.975 | 6.508 | 6.063 | 9.700 | 8.667 | 8.077 |
| 7.269 | 6.131 | 4.102 | 6.971 | 6.501 | 6.096 | 9.719 | 8.654 | 8.060 |
| 7.199 | 6.150 | 4.107 | 6.977 | 6.525 | 6.058 | 9.686 | 8.637 | 8.059 |
| 7.219 | 6.141 | 4.110 | 6.981 | 6.507 | 6.055 | 9.734 | 8.663 | 8.051 |
| 虔东稀土集团股份有限公司 | 7.326 | 6.014 | 4.098 | 7.213 | 6.479 | 6.148 | 9.623 | 8.506 | 7.761 |
| 7.289 | 6.022 | 4.075 | 7.224 | 6.475 | 6.133 | 9.594 | 8.491 | 7.756 |
| 7.314 | 6.039 | 4.081 | 7.208 | 6.497 | 6.125 | 9.634 | 8.507 | 7.810 |
| 7.322 | 6.051 | 4.079 | 7.117 | 6.503 | 6.125 | 9.647 | 8.395 | 7.730 |
| 7.292 | 6.031 | 4.083 | 7.119 | 6.506 | 6.129 | 9.599 | 8.529 | 7.820 |
| 7.299 | 6.041 | 4.071 | 7.201 | 6.482 | 6.135 | 9.615 | 8.530 | 7.760 |
| 湖南稀土金属材料研究院有限责任公司 | 7.324 | 6.143 | 4.111 | 6.986 | 6.482 | 6.083 | 9.725 | 8.672 | 8.089 |
| 7.312 | 6.142 | 4.128 | 6.967 | 6.501 | 6.078 | 9.731 | 8.688 | 8.082 |
| 7.336 | 6.171 | 4.115 | 6.912 | 6.489 | 6.061 | 9.735 | 8.667 | 8.076 |
| 7.327 | 6.148 | 4.121 | 6.863 | 6.511 | 6.073 | 9.726 | 8.675 | 8.093 |
| 7.325 | 6.139 | 4.109 | 7.026 | 6.509 | 6.086 | 9.718 | 8.683 | 8.072 |
| 7.318 | 6.155 | 4.125 | 6.958 | 6.478 | 6.057 | 9.737 | 8.669 | 8.075 |
| 赣州艾科锐检测技术有限公司 | 7.319 | 6.035 | 4.077 | 7.200 | 6.502 | 6.139 | 9.591 | 8.552 | 7.751 |
| 7.299 | 6.051 | 4.081 | 7.184 | 6.483 | 6.138 | 9.621 | 8.436 | 7.719 |
| 7.318 | 6.048 | 4.086 | 7.210 | 6.482 | 6.144 | 9.605 | 8.489 | 7.773 |
| 7.322 | 6.041 | 4.093 | 7.210 | 6.492 | 6.153 | 9.617 | 8.498 | 7.817 |
| 7.296 | 6.039 | 4.071 | 7.196 | 6.493 | 6.159 | 9.596 | 8.496 | 7.809 |
| 7.301 | 6.044 | 4.091 | 7.211 | 6.489 | 6.157 | 9.623 | 8.513 | 7.801 |
| 钨与稀土 | 7.352 | 6.185 | 4.256 | 6.985 | 6.524 | 6.128 | 9.286 | 8.705 | 8.045 |
| 7.434 | 6.247 | 4.189 | 6.993 | 6.495 | 6.156 | 9.315 | 8.712 | 8.012 |
| 7.316 | 6.286 | 4.188 | 7.024 | 6.486 | 6.125 | 9.248 | 8.726 | 8.098 |
| 7.223 | 6.186 | 4.235 | 6.938 | 6.513 | 6.186 | 9.321 | 8.732 | 8.062 |
| 7.367 | 6.158 | 4.218 | 7.034 | 6.528 | 6.175 | 9.263 | 8.706 | 8.033 |
| 7.412 | 6.247 | 4.236 | 7.005 | 6.524 | 6.101 | 9.248 | 8.698 | 8.042 |
| 国标（北京）检验认证有限公司 | 7.423 | 6.265 | 4.467 | 7.215 | 7.066 | 6.436 |  |  |  |
| 7.413 | 6.217 | 4.471 | 7.216 | 7.075 | 6.458 |  |  |  |
| 7.426 | 6.256 | 4.476 | 7.250 | 7.072 | 6.436 |  |  |  |
| 7.417 | 6.241 | 4.478 | 7.258 | 7.073 | 6.422 |  |  |  |
| 7.425 | 6.246 | 4.459 | 7.262 | 7.077 | 6.412 |  |  |  |
| 7.417 | 6.267 | 4.466 | 7.233 | 7.069 | 6.457 |  |  |  |
| 国合通用（青岛）测试评价有限公司 | 7.377 | 6.236 | 4.207 | 6.937 | 6.456 | 5.969 |  |  |  |
| 7.359 | 6.218 | 4.171 | 6.956 | 6.437 | 5.878 |  |  |  |
| 7.327 | 6.251 | 4.168 | 6.891 | 6.478 | 5.968 |  |  |  |
| 7.395 | 6.205 | 4.182 | 6.857 | 6.407 | 6.093 |  |  |  |
| 7.246 | 6.180 | 4.174 | 6.953 | 6.409 | 5.951 |  |  |  |
| 7.331 | 6.184 | 4.180 | 6.851 | 6.417 | 5.959 |  |  |  |

表D.2 各单元平均值（%）

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 | 水平9 |
| 包头稀土研究院 | 7.2325 | 6.1457 | 4.1082 | 6.9748 | 6.5075 | 6.0723 | 9.7085 | 8.6567 | 8.0618 |
| 虔东稀土集团股份有限公司 | 7.3070 | 6.0330 | 4.0812 | 7.1803 | 6.4903 | 6.1325 | 9.6187 | 8.4930 | 7.7728 |
| 湖南稀土金属材料研究院有限责任公司 | 7.3237 | 6.1497 | 4.1182 | 6.9520 | 6.4950 | 6.0730 | 9.7287 | 8.6757 | 8.0812 |
| 赣州艾科锐检测技术有限公司 | 7.3092 | 6.0430 | 4.0832 | 7.2018 | 6.4902 | 6.1483 | 9.6088 | 8.4973 | 7.7783 |
| 钨与稀土 | 7.3507 | 6.2182 | 4.2203 | 6.9965 | 6.5117 | 6.1452 | 9.2802 | 8.7132 | 8.0487 |
| 国标（北京）检验认证有限公司 | 7.4202 | 6.2487 | 4.4695 | 7.2390 | 7.0720 | 6.4368 |  |  |  |
| 国合通用（青岛）测试评价有限公司 | 7.3392 | 6.2123 | 4.1803 | 6.9075 | 6.4340 | 5.9697 |  |  |  |

表D.3 各单元的标准差

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 | 水平9 |
| 包头稀土研究院 | 0.030052 | 0.013441 | 0.007026 | 0.009888 | 0.012661 | 0.016585 | 0.017026 | 0.011570 | 0.008565 |
| 虔东稀土集团股份有限公司 | 0.015799 | 0.013491 | 0.009304 | 0.048866 | 0.013292 | 0.008620 | 0.020324 | 0.050275 | 0.034724 |
| 湖南稀土金属材料研究院有限责任公司 | 0.008165 | 0.011860 | 0.007705 | 0.057296 | 0.014014 | 0.011781 | 0.007062 | 0.008238 | 0.008377 |
| 赣州艾科锐检测技术有限公司 | 0.0117 | 0.0059 | 0.0084 | 0.0107 | 0.0074 | 0.0092 | 0.0135 | 0.0376 | 0.0381 |
| 钨与稀土 | 0.0755 | 0.0490 | 0.0274 | 0.0341 | 0.0174 | 0.0326 | 0.0325 | 0.0132 | 0.0292 |
| 国标（北京）检验认证有限公司 | 0.0052 | 0.0186 | 0.0070 | 0.0207 | 0.0040 | 0.0184 |  |  |  |
| 国合通用（青岛）测试评价有限公司 | 0.0526 | 0.0282 | 0.0141 | 0.0476 | 0.0285 | 0.0694 |  |  |  |

2 一致性和离群值的检查

2.1 柯克伦检验

按柯克伦检验统计量计算结果如表D.4。

表D.4 柯克伦检验

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室i | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 | 水平9 |
| Smax实验室 | 钨与稀土 | 钨与稀土 | 钨与稀土 | 湖南稀土金属材料研究院有限责任公司 | 国合通用（青岛）测试评价有限公司 | 国合通用（青岛）测试评价有限公司 | 钨与稀土 | 虔东稀土集团股份有限公司 | 赣州艾科锐检测技术有限公司 |
| Smax值 | 0.075466 | 0.049028 | 0.027442 | 0.057296 | 0.028538 | 0.069396 | 0.032493 | 0.050275 | 0.038067 |
| ∑S2 | 9.8457E-03 | 4.0848E-03 | 1.2675E-03 | 9.7352E-03 | 1.7198E-03 | 6.7926E-03 | 1.9912E-03 | 4.3166E-03 | 3.6502E-03 |
| C | 0.5784 | 0.5885 | 0.5941 | 0.3372 | 0.4735 | 0.7090 | 0.5302 | 0.5856 | 0.3970 |
| 离群值（Y/N） | Y | Y | Y | N | Y | Y | N | N | N |
| 歧离值（Y/N） | N | N | N | N | N | N | Y | Y | N |
| C临界 | 临界值C(0.01,5,6)=0.5875 临界值C(0.05,5,6)=0.5063  临界值C(0.01,7,6)=0.4659 临界值C(0.05,7,6)=0.3972 | | | | | | | | |

2.2 格拉布斯检验

表D.5 格拉布斯检验

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 统计量 | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 | 水平9 |
| 均值的平均值 | 7.32605 | 6.15007 | 4.18012 | 7.06457 | 6.57152 | 6.13969 | 9.58897 | 8.60717 | 7.94857 |
| 均值的标准差 | 5.6334E-02 | 8.5073E-02 | 1.3758E-01 | 1.3705E-01 | 2.2216E-01 | 1.4511E-01 | 1.8058E-01 | 1.0425E-01 | 1.5835E-01 |
| 最大均值 | 7.4202 | 6.2487 | 4.4695 | 7.2390 | 7.0720 | 6.4368 | 9.7287 | 8.7132 | 8.0812 |
| 最小均值 | 7.2325 | 6.0330 | 4.0812 | 6.9075 | 6.4340 | 5.9697 | 9.2802 | 8.4930 | 7.7728 |
| Gmax | 1.671 | 1.159 | 2.103 | 1.273 | 2.253 | 2.048 | 0.774 | 1.017 | 0.837 |
| Gmin | 1.661 | 1.376 | 0.719 | 1.146 | 0.619 | 1.172 | 1.710 | 1.095 | 1.110 |
| G临界 | 临界值G(0.01,5)= 1.764 临界值G(0.05,5)= 1.715  临界值G(0.01,7)= 2.139 临界值G(0.05,7)= 2.020 | | | | | | | | |

2.3 Sr、SR、r与R的计算

表D.6 精密度计算数据

|  | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 | 水平9 |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 总平均值 | 7.326 | 6.150 | 4.180 | 7.065 | 6.572 | 6.140 | 9.589 | 8.607 | 7.949 |
| T1 | 307.694 | 258.303 | 175.565 | 296.712 | 276.004 | 257.867 | 287.669 | 258.215 | 238.457 |
| T2 | 2254.180896 | 1588.5819 | 733.8826006 | 2096.143118 | 1813.766858 | 1583.223564 | 2758.448452 | 2222.499541 | 1895.391362 |
| T3 | 42 | 42 | 42 | 42 | 42 | 42 | 30 | 30 | 30 |
| T4 | 252 | 252 | 252 | 252 | 252 | 252 | 180 | 180 | 180 |
| T5 | 4.9229E-02 | 2.0424E-02 | 6.3375E-03 | 4.8676E-02 | 8.5990E-03 | 3.3963E-02 | 9.9558E-03 | 2.1583E-02 | 1.8251E-02 |
| P | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 | 5 | 5 | 5 |
| Sr2 | 0.001406533 | 0.000583548 | 0.000181071 | 0.001390743 | 0.000245686 | 0.000970376 | 0.000398233 | 0.000863313 | 0.000730047 |
| SL2 | 0.000234422 | 9.72579E-05 | 3.01786E-05 | 0.00023179 | 4.09476E-05 | 0.000161729 | 6.63722E-05 | 0.000143886 | 0.000121674 |
| SR2 | 0.001640956 | 0.000680806 | 0.00021125 | 0.001622533 | 0.000286633 | 0.001132106 | 0.000464606 | 0.001007199 | 0.000851721 |
| m | 7.326047619 | 6.150071429 | 4.180119048 | 7.064571429 | 6.57152381 | 6.139690476 | 9.588966667 | 8.607166667 | 7.948566667 |
| Sr | 0.037504 | 0.024157 | 0.013456 | 0.037293 | 0.015674 | 0.031151 | 0.019956 | 0.029382 | 0.027019 |
| SR | 0.040509 | 0.026092 | 0.014534 | 0.040281 | 0.016930 | 0.033647 | 0.021555 | 0.031736 | 0.029184 |
| r | 0.105011 | 0.067639 | 0.037678 | 0.104419 | 0.043888 | 0.087222 | 0.055876 | 0.082270 | 0.075654 |
| R | 0.113424 | 0.073058 | 0.040696 | 0.112786 | 0.047405 | 0.094211 | 0.060353 | 0.088862 | 0.081716 |

注：鉴于X射线荧光（XRF）光谱法具有极佳的重复性和精密度，大多数室内标准偏差非常小。因此，当实验室内数据或不同实验室间数据出现轻微偏差时，这些数据若被判定为离群值或异常值而被舍弃，将导致无法进行有效统计或出现统计异常。因此，本文在数据计算时未对这些数据进行剔除。

**附件E：氧化钐精密度数据统计（方法2）**

**1** 各实验室实验数据

表E.1 各实验室实验数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 | 水平9 |
| 包头稀土研究院 | 0.598 | 0.474 | 0.346 | 0.550 | 0.510 | 0.488 | 1.388 | 1.280 | 1.199 |
| 0.598 | 0.473 | 0.346 | 0.545 | 0.528 | 0.487 | 1.382 | 1.289 | 1.195 |
| 0.611 | 0.466 | 0.333 | 0.542 | 0.538 | 0.483 | 1.386 | 1.286 | 1.190 |
| 0.598 | 0.466 | 0.352 | 0.547 | 0.518 | 0.482 | 1.389 | 1.281 | 1.188 |
| 0.593 | 0.478 | 0.336 | 0.552 | 0.516 | 0.486 | 1.374 | 1.271 | 1.184 |
| 0.602 | 0.469 | 0.337 | 0.522 | 0.529 | 0.489 | 1.396 | 1.280 | 1.195 |
| 虔东稀土集团股份有限公司 | 0.591 | 0.459 | 0.311 | 0.576 | 0.469 | 0.361 | 1.519 | 1.319 | 1.159 |
| 0.588 | 0.467 | 0.309 | 0.583 | 0.467 | 0.356 | 1.537 | 1.331 | 1.164 |
| 0.586 | 0.469 | 0.325 | 0.579 | 0.471 | 0.359 | 1.548 | 1.319 | 1.161 |
| 0.593 | 0.455 | 0.331 | 0.581 | 0.467 | 0.354 | 1.531 | 1.302 | 1.153 |
| 0.587 | 0.471 | 0.328 | 0.586 | 0.465 | 0.355 | 1.542 | 1.318 | 1.155 |
| 0.585 | 0.461 | 0.339 | 0.582 | 0.475 | 0.366 | 1.543 | 1.321 | 1.166 |
| 湖南稀土金属材料研究院有限责任公司 | 0.584 | 0.482 | 0.335 | 0.523 | 0.517 | 0.482 | 1.369 | 1.269 | 1.175 |
| 0.598 | 0.469 | 0.347 | 0.528 | 0.518 | 0.486 | 1.372 | 1.265 | 1.172 |
| 0.595 | 0.468 | 0.343 | 0.518 | 0.529 | 0.482 | 1.367 | 1.267 | 1.178 |
| 0.593 | 0.489 | 0.351 | 0.538 | 0.527 | 0.485 | 1.374 | 1.271 | 1.174 |
| 0.589 | 0.475 | 0.346 | 0.524 | 0.514 | 0.487 | 1.372 | 1.268 | 1.177 |
| 0.586 | 0.471 | 0.355 | 0.512 | 0.522 | 0.486 | 1.370 | 1.270 | 1.181 |
| 赣州艾科锐检测技术有限公司 | 0.590 | 0.461 | 0.319 | 0.566 | 0.468 | 0.361 | 1.517 | 1.309 | 1.149 |
| 0.589 | 0.481 | 0.327 | 0.561 | 0.469 | 0.359 | 1.523 | 1.298 | 1.148 |
| 0.587 | 0.476 | 0.339 | 0.573 | 0.464 | 0.368 | 1.515 | 1.317 | 1.132 |
| 0.592 | 0.479 | 0.341 | 0.568 | 0.469 | 0.351 | 1.526 | 1.315 | 1.155 |
| 0.588 | 0.469 | 0.325 | 0.566 | 0.473 | 0.353 | 1.533 | 1.305 | 1.164 |
| 0.587 | 0.465 | 0.328 | 0.562 | 0.477 | 0.364 | 1.528 | 1.323 | 1.159 |
| 钨与稀土 | 0.526 | 0.485 | 0.358 | 0.542 | 0.498 | 0.477 | 1.802 | 1.285 | 1.256 |
| 0.553 | 0.472 | 0.346 | 0.531 | 0.523 | 0.495 | 1.796 | 1.268 | 1.185 |
| 0.564 | 0.468 | 0.345 | 0.554 | 0.516 | 0.482 | 1.813 | 1.282 | 1.245 |
| 0.548 | 0.465 | 0.352 | 0.546 | 0.505 | 0.476 | 1.808 | 1.271 | 1.236 |
| 0.536 | 0.483 | 0.357 | 0.531 | 0.496 | 0.483 | 1.791 | 1.262 | 1.225 |
| 0.542 | 0.482 | 0.341 | 0.548 | 0.504 | 0.492 | 1.811 | 1.286 | 1.232 |
| 国标（北京）检验认证有限公司 | 0.646 | 0.567 | 0.412 | 0.506 | 0.414 | 0.389 |  |  |  |
| 0.633 | 0.534 | 0.408 | 0.516 | 0.400 | 0.385 |  |  |  |
| 0.625 | 0.555 | 0.411 | 0.527 | 0.397 | 0.384 |  |  |  |
| 0.626 | 0.547 | 0.406 | 0.542 | 0.404 | 0.387 |  |  |  |
| 0.625 | 0.554 | 0.406 | 0.511 | 0.402 | 0.387 |  |  |  |
| 0.626 | 0.557 | 0.418 | 0.521 | 0.401 | 0.384 |  |  |  |
| 国合通用（青岛）测试评价有限公司 | 0.607 | 0.469 | 0.351 | 0.534 | 0.513 | 0.469 |  |  |  |
| 0.603 | 0.468 | 0.353 | 0.521 | 0.504 | 0.464 |  |  |  |
| 0.622 | 0.464 | 0.342 | 0.547 | 0.525 | 0.458 |  |  |  |
| 0.610 | 0.463 | 0.356 | 0.552 | 0.502 | 0.467 |  |  |  |
| 0.608 | 0.460 | 0.342 | 0.546 | 0.511 | 0.472 |  |  |  |
| 0.614 | 0.469 | 0.339 | 0.533 | 0.517 | 0.451 |  |  |  |

表E.2 各单元平均值（%）

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 | 水平9 |
| 包头稀土研究院 | 0.6000 | 0.4710 | 0.3417 | 0.5430 | 0.5232 | 0.4858 | 1.3858 | 1.2812 | 1.1918 |
| 虔东稀土集团股份有限公司 | 0.5883 | 0.4637 | 0.3238 | 0.5812 | 0.4690 | 0.3585 | 1.5367 | 1.3183 | 1.1597 |
| 湖南稀土金属材料研究院有限责任公司 | 0.5908 | 0.4757 | 0.3462 | 0.5238 | 0.5212 | 0.4847 | 1.3707 | 1.2683 | 1.1762 |
| 赣州艾科锐检测技术有限公司 | 0.5888 | 0.4718 | 0.3298 | 0.5660 | 0.4700 | 0.3593 | 1.5237 | 1.3112 | 1.1512 |
| 钨与稀土 | 0.5448 | 0.4758 | 0.3498 | 0.5420 | 0.5070 | 0.4842 | 1.8035 | 1.2757 | 1.2298 |
| 国标（北京）检验认证有限公司 | 0.6302 | 0.5523 | 0.4102 | 0.5205 | 0.4030 | 0.3860 |  |  |  |
| 国合通用（青岛）测试评价有限公司 | 0.6107 | 0.4655 | 0.3472 | 0.5388 | 0.5120 | 0.4635 |  |  |  |

表E.3 各单元的标准差

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 | 水平9 |
| 包头稀土研究院 | 0.006099 | 0.004817 | 0.007394 | 0.010881 | 0.010284 | 0.002787 | 0.007387 | 0.006178 | 0.005492 |
| 虔东稀土集团股份有限公司 | 0.003077 | 0.006282 | 0.011703 | 0.003430 | 0.003578 | 0.004506 | 0.010405 | 0.009331 | 0.005046 |
| 湖南稀土金属材料研究院有限责任公司 | 0.005419 | 0.008287 | 0.006882 | 0.008864 | 0.005913 | 0.002160 | 0.002503 | 0.002160 | 0.003189 |
| 赣州艾科锐检测技术有限公司 | 0.0019 | 0.0081 | 0.0085 | 0.0043 | 0.0045 | 0.0065 | 0.0068 | 0.0090 | 0.0112 |
| 钨与稀土 | 0.0133 | 0.0086 | 0.0069 | 0.0094 | 0.0105 | 0.0078 | 0.0087 | 0.0100 | 0.0245 |
| 国标（北京）检验认证有限公司 | 0.0083 | 0.0111 | 0.0046 | 0.0128 | 0.0059 | 0.0020 |  |  |  |
| 国合通用（青岛）测试评价有限公司 | 0.0066 | 0.0037 | 0.0070 | 0.0115 | 0.0085 | 0.0078 |  |  |  |

2 一致性和离群值的检查

2.1 柯克伦检验

按柯克伦检验统计量计算结果如表E.4。

表E.4 柯克伦检验

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室i | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 | 水平9 |
| Smax实验室 | 钨与稀土 | 国标（北京）检验认证有限公司 | 虔东稀土集团股份有限公司 | 国标（北京）检验认证有限公司 | 钨与稀土 | 钨与稀土 | 虔东稀土集团股份有限公司 | 钨与稀土 | 虔东稀土集团股份有限公司 |
| Smax值 | 0.013303 | 0.011057 | 0.011703 | 0.012849 | 0.010507 | 0.007782 | 0.010405 | 0.010013 | 0.024457 |
| ∑S2 | 3.7000E-04 | 4.0583E-04 | 4.2927E-04 | 6.1360E-04 | 3.9033E-04 | 1.9947E-04 | 2.9167E-04 | 3.1113E-04 | 7.8853E-04 |
| C | 0.4783 | 0.3013 | 0.3191 | 0.2691 | 0.2828 | 0.3036 | 0.3712 | 0.3223 | 0.7586 |
| 离群值（Y/N） | Y | N | N | N | N | N | N | N | Y |
| 歧离值（Y/N） | N | N | N | N | N | N | N | N | N |
| C临界 | 临界值C(0.01,5,6)=0.5875 临界值C(0.05,5,6)=0.5063  临界值C(0.01,7,6)=0.4659 临界值C(0.05,7,6)=0.3972 | | | | | | | | |

2.2 格拉布斯检验

表E.5 格拉布斯检验

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 统计量 | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 | 水平9 |
| 均值的平均值 | 0.59338 | 0.48226 | 0.34981 | 0.54505 | 0.48648 | 0.43171 | 1.52407 | 1.29093 | 1.18173 |
| 均值的标准差 | 2.6158E-02 | 3.1244E-02 | 2.8294E-02 | 2.1788E-02 | 4.3142E-02 | 6.0805E-02 | 1.7384E-01 | 2.2357E-02 | 3.1096E-02 |
| 最大均值 | 0.6302 | 0.5523 | 0.4102 | 0.5812 | 0.5232 | 0.4858 | 1.8035 | 1.3183 | 1.2298 |
| 最小均值 | 0.5448 | 0.4637 | 0.3238 | 0.5205 | 0.4030 | 0.3585 | 1.3707 | 1.2683 | 1.1512 |
| Gmax | 1.406 | 2.243 | 2.133 | 1.658 | 0.850 | 0.890 | 1.607 | 1.226 | 1.547 |
| Gmin | 1.856 | 0.595 | 0.918 | 1.127 | 1.935 | 1.204 | 0.882 | 1.011 | 0.983 |
| G临界 | 临界值G(0.01,5)= 1.764 临界值G(0.05,5)= 1.715  临界值G(0.01,7)= 2.139 临界值G(0.05,7)= 2.020 | | | | | | | | |

2.3 Sr、SR、r与R的计算

表A.6 精密度计算数据

|  | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 | 水平9 |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 总平均值 | 0.593 | 0.482 | 0.350 | 0.545 | 0.486 | 0.432 | 1.524 | 1.291 | 1.182 |
| T1 | 24.922 | 20.255 | 14.692 | 22.892 | 20.432 | 18.132 | 45.722 | 38.728 | 35.452 |
| T2 | 14.7882401 | 9.768214881 | 5.139401524 | 12.4772301 | 9.939681524 | 7.827843429 | 69.68337613 | 49.99526613 | 41.89481013 |
| T3 | 42 | 42 | 42 | 42 | 42 | 42 | 30 | 30 | 30 |
| T4 | 252 | 252 | 252 | 252 | 252 | 252 | 180 | 180 | 180 |
| T5 | 1.8500E-03 | 2.0292E-03 | 2.1463E-03 | 3.0680E-03 | 1.9517E-03 | 9.9733E-04 | 1.4583E-03 | 1.5557E-03 | 3.9427E-03 |
| P | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 | 5 | 5 | 5 |
| Sr2 | 5.28571E-05 | 5.79762E-05 | 6.13238E-05 | 8.76571E-05 | 5.57619E-05 | 2.84952E-05 | 5.83333E-05 | 6.22267E-05 | 0.000157707 |
| SL2 | 8.80952E-06 | 9.6627E-06 | 1.02206E-05 | 1.46095E-05 | 9.29365E-06 | 4.74921E-06 | 9.72222E-06 | 1.03711E-05 | 2.62844E-05 |
| SR2 | 6.16667E-05 | 6.76389E-05 | 7.15444E-05 | 0.000102267 | 6.50556E-05 | 3.32444E-05 | 6.80556E-05 | 7.25978E-05 | 0.000183991 |
| m | 0.593380952 | 0.482261905 | 0.349809524 | 0.545047619 | 0.48647619 | 0.431714286 | 1.524066667 | 1.290933333 | 1.181733333 |
| Sr | 0.007270 | 0.007614 | 0.007831 | 0.009363 | 0.007467 | 0.005338 | 0.007638 | 0.007888 | 0.012558 |
| SR | 0.007853 | 0.008224 | 0.008458 | 0.010113 | 0.008066 | 0.005766 | 0.008250 | 0.008520 | 0.013564 |
| r | 0.020357 | 0.021320 | 0.021927 | 0.026215 | 0.020909 | 0.014947 | 0.021385 | 0.022087 | 0.035163 |
| R | 0.021988 | 0.023028 | 0.023684 | 0.028316 | 0.022584 | 0.016144 | 0.023099 | 0.023857 | 0.037980 |

注：鉴于X射线荧光（XRF）光谱法具有极佳的重复性和精密度，大多数室内标准偏差非常小。因此，当实验室内数据或不同实验室间数据出现轻微偏差时，这些数据若被判定为离群值或异常值而被舍弃，将导致无法进行有效统计或出现统计异常。因此，本文在数据计算时未对这些数据进行剔除。

**附件F：氧化铕精密度数据统计（方法2）**

**1** 各实验室实验数据

表F.1 各实验室实验数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 | 水平9 |
| 包头稀土研究院 | 0.120 | 0.098 | 0.014 | 0.067 | 0.062 | 0.059 | 0.315 | 0.183 | 0.215 |
| 0.117 | 0.087 | 0.025 | 0.069 | 0.064 | 0.048 | 0.266 | 0.183 | 0.165 |
| 0.115 | 0.093 | 0.018 | 0.060 | 0.071 | 0.048 | 0.270 | 0.205 | 0.178 |
| 0.116 | 0.087 | 0.013 | 0.059 | 0.066 | 0.046 | 0.275 | 0.221 | 0.229 |
| 0.125 | 0.094 | 0.026 | 0.083 | 0.084 | 0.048 | 0.280 | 0.176 | 0.193 |
| 0.115 | 0.077 | 0.023 | 0.067 | 0.065 | 0.067 | 0.277 | 0.184 | 0.185 |
| 虔东稀土集团股份有限公司 | 0.110 | 0.078 | 0.019 | 0.066 | 0.040 | 0.027 | 0.211 | 0.113 | 0.151 |
| 0.114 | 0.071 | 0.018 | 0.069 | 0.043 | 0.027 | 0.219 | 0.111 | 0.132 |
| 0.117 | 0.081 | 0.021 | 0.064 | 0.041 | 0.032 | 0.217 | 0.113 | 0.148 |
| 0.111 | 0.072 | 0.019 | 0.065 | 0.045 | 0.029 | 0.216 | 0.103 | 0.149 |
| 0.115 | 0.082 | 0.019 | 0.063 | 0.045 | 0.029 | 0.221 | 0.115 | 0.141 |
| 0.112 | 0.074 | 0.021 | 0.062 | 0.044 | 0.028 | 0.218 | 0.112 | 0.146 |
| 湖南稀土金属材料研究院有限责任公司 | 0.112 | 0.089 | 0.024 | 0.065 | 0.069 | 0.052 | 0.293 | 0.201 | 0.212 |
| 0.115 | 0.086 | 0.018 | 0.068 | 0.087 | 0.055 | 0.304 | 0.212 | 0.201 |
| 0.118 | 0.092 | 0.016 | 0.064 | 0.063 | 0.049 | 0.288 | 0.195 | 0.221 |
| 0.113 | 0.095 | 0.014 | 0.061 | 0.057 | 0.042 | 0.295 | 0.198 | 0.217 |
| 0.116 | 0.084 | 0.028 | 0.065 | 0.075 | 0.041 | 0.279 | 0.221 | 0.225 |
| 0.111 | 0.079 | 0.022 | 0.061 | 0.071 | 0.059 | 0.283 | 0.215 | 0.205 |
| 赣州艾科锐检测技术有限公司 | 0.113 | 0.082 | 0.021 | 0.067 | 0.039 | 0.029 | 0.213 | 0.107 | 0.144 |
| 0.115 | 0.081 | 0.018 | 0.062 | 0.042 | 0.032 | 0.209 | 0.112 | 0.140 |
| 0.116 | 0.075 | 0.018 | 0.065 | 0.043 | 0.033 | 0.221 | 0.106 | 0.151 |
| 0.115 | 0.076 | 0.019 | 0.066 | 0.038 | 0.029 | 0.219 | 0.106 | 0.148 |
| 0.116 | 0.071 | 0.020 | 0.063 | 0.041 | 0.031 | 0.214 | 0.112 | 0.134 |
| 0.117 | 0.072 | 0.019 | 0.067 | 0.042 | 0.033 | 0.218 | 0.102 | 0.139 |
| 钨与稀土 | 0.132 | 0.085 | 0.015 | 0.041 | 0.059 | 0.065 | 0.305 | 0.168 | 0.205 |
| 0.125 | 0.096 | 0.020 | 0.052 | 0.066 | 0.052 | 0.291 | 0.185 | 0.186 |
| 0.129 | 0.086 | 0.018 | 0.043 | 0.064 | 0.049 | 0.316 | 0.176 | 0.193 |
| 0.136 | 0.092 | 0.022 | 0.048 | 0.058 | 0.058 | 0.288 | 0.175 | 0.195 |
| 0.123 | 0.095 | 0.016 | 0.055 | 0.072 | 0.063 | 0.308 | 0.182 | 0.188 |
| 0.135 | 0.079 | 0.018 | 0.052 | 0.070 | 0.067 | 0.306 | 0.165 | 0.202 |
| 国标（北京）检验认证有限公司 | 0.124 | 0.109 | 0.056 | 0.112 | 0.066 | 0.064 |  |  |  |
| 0.121 | 0.101 | 0.056 | 0.125 | 0.068 | 0.078 |  |  |  |
| 0.131 | 0.116 | 0.053 | 0.094 | 0.073 | 0.068 |  |  |  |
| 0.136 | 0.104 | 0.052 | 0.102 | 0.076 | 0.063 |  |  |  |
| 0.109 | 0.109 | 0.052 | 0.099 | 0.070 | 0.054 |  |  |  |
| 0.126 | 0.101 | 0.056 | 0.089 | 0.076 | 0.063 |  |  |  |
| 国合通用（青岛）测试评价有限公司 | 0.127 | 0.092 | 0.018 | 0.058 | 0.074 | 0.046 |  |  |  |
| 0.129 | 0.085 | 0.023 | 0.062 | 0.067 | 0.047 |  |  |  |
| 0.122 | 0.094 | 0.016 | 0.059 | 0.063 | 0.045 |  |  |  |
| 0.122 | 0.086 | 0.017 | 0.057 | 0.077 | 0.052 |  |  |  |
| 0.131 | 0.091 | 0.025 | 0.073 | 0.065 | 0.044 |  |  |  |
| 0.124 | 0.082 | 0.017 | 0.058 | 0.076 | 0.057 |  |  |  |

表F.2 各单元平均值（%）

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 | 水平9 |
| 包头稀土研究院 | 0.1180 | 0.0893 | 0.0198 | 0.0675 | 0.0687 | 0.0527 | 0.2805 | 0.1920 | 0.1942 |
| 虔东稀土集团股份有限公司 | 0.1132 | 0.0763 | 0.0195 | 0.0648 | 0.0430 | 0.0287 | 0.2170 | 0.1112 | 0.1445 |
| 湖南稀土金属材料研究院有限责任公司 | 0.1142 | 0.0875 | 0.0203 | 0.0640 | 0.0703 | 0.0497 | 0.2903 | 0.2070 | 0.2135 |
| 赣州艾科锐检测技术有限公司 | 0.1153 | 0.0762 | 0.0192 | 0.0650 | 0.0408 | 0.0312 | 0.2157 | 0.1075 | 0.1427 |
| 钨与稀土 | 0.1300 | 0.0888 | 0.0182 | 0.0485 | 0.0648 | 0.0590 | 0.3023 | 0.1752 | 0.1948 |
| 国标（北京）检验认证有限公司 | 0.1245 | 0.1067 | 0.0542 | 0.1035 | 0.0715 | 0.0650 |  |  |  |
| 国合通用（青岛）测试评价有限公司 | 0.1258 | 0.0883 | 0.0193 | 0.0612 | 0.0703 | 0.0485 |  |  |  |

表F.3 各单元的标准差

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 | 水平9 |
| 包头稀土研究院 | 0.003899 | 0.007394 | 0.005636 | 0.008620 | 0.008091 | 0.008430 | 0.017627 | 0.017274 | 0.023853 |
| 虔东稀土集团股份有限公司 | 0.002639 | 0.004676 | 0.001225 | 0.002483 | 0.002098 | 0.001862 | 0.003406 | 0.004215 | 0.007007 |
| 湖南稀土金属材料研究院有限责任公司 | 0.002639 | 0.005753 | 0.005279 | 0.002683 | 0.010328 | 0.007146 | 0.008981 | 0.010450 | 0.009290 |
| 赣州艾科锐检测技术有限公司 | 0.0014 | 0.0045 | 0.0012 | 0.0021 | 0.0019 | 0.0018 | 0.0045 | 0.0039 | 0.0063 |
| 钨与稀土 | 0.0053 | 0.0066 | 0.0026 | 0.0055 | 0.0057 | 0.0073 | 0.0107 | 0.0077 | 0.0075 |
| 国标（北京）检验认证有限公司 | 0.0093 | 0.0058 | 0.0020 | 0.0131 | 0.0042 | 0.0078 |  |  |  |
| 国合通用（青岛）测试评价有限公司 | 0.0038 | 0.0047 | 0.0037 | 0.0060 | 0.0061 | 0.0050 |  |  |  |

2 一致性和离群值的检查

2.1 柯克伦检验

按柯克伦检验统计量计算结果如表F.4。

表F.4 柯克伦检验

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室i | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 | 水平9 |
| Smax实验室 | 国标（北京）检验认证有限公司 | 包头稀土研究院 | 包头稀土研究院 | 国标（北京）检验认证有限公司 | 湖南稀土金属材料研究院有限责任公司 | 包头稀土研究院 | 包头稀土研究院 | 包头稀土研究院 | 包头稀土研究院 |
| Smax值 | 0.009268 | 0.007394 | 0.005636 | 0.013096 | 0.010328 | 0.008430 | 0.017627 | 0.017274 | 0.023853 |
| ∑S2 | 1.5907E-04 | 2.2970E-04 | 8.7100E-05 | 3.3083E-04 | 2.6663E-04 | 2.6887E-04 | 5.3750E-04 | 5.0023E-04 | 8.0000E-04 |
| C | 0.5400 | 0.2380 | 0.3647 | 0.5184 | 0.4001 | 0.2643 | 0.5780 | 0.5965 | 0.7112 |
| 离群值（Y/N） | Y | N | N | Y | N | N | N | Y | Y |
| 歧离值（Y/N） | N | N | N | N | Y | N | Y | N | N |
| C临界 | 临界值C(0.01,5,6)=0.5875 临界值C(0.05,5,6)=0.5063  临界值C(0.01,7,6)=0.4659 临界值C(0.05,7,6)=0.3972 | | | | | | | | |

2.2 格拉布斯检验

表F.5 格拉布斯检验

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 统计量 | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 | 水平9 |
| 均值的平均值 | 0.12014 | 0.08760 | 0.02436 | 0.06779 | 0.06136 | 0.04781 | 0.26117 | 0.15857 | 0.17793 |
| 均值的标准差 | 6.5908E-03 | 1.0217E-02 | 1.3162E-02 | 1.6942E-02 | 1.3464E-02 | 1.3489E-02 | 4.1654E-02 | 4.6351E-02 | 3.2310E-02 |
| 最大均值 | 0.1300 | 0.1067 | 0.0542 | 0.1035 | 0.0715 | 0.0650 | 0.3023 | 0.2070 | 0.2135 |
| 最小均值 | 0.1132 | 0.0762 | 0.0182 | 0.0485 | 0.0408 | 0.0287 | 0.2157 | 0.1075 | 0.1427 |
| Gmax | 1.496 | 1.867 | 2.265 | 2.108 | 0.753 | 1.274 | 0.988 | 1.045 | 1.101 |
| Gmin | 1.058 | 1.119 | 0.470 | 1.138 | 1.524 | 1.419 | 1.092 | 1.102 | 1.092 |
| G临界 | 临界值G(0.01,5)= 1.764 临界值G(0.05,5)= 1.715  临界值G(0.01,7)= 2.139 临界值G(0.05,7)= 2.020 | | | | | | | | |

2.3 Sr、SR、r与R的计算

表A.6 精密度计算数据

|  | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 | 水平9 |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 总平均值 | 0.120 | 0.088 | 0.024 | 0.068 | 0.061 | 0.048 | 0.261 | 0.159 | 0.178 |
| T1 | 5.046 | 3.679 | 1.023 | 2.847 | 2.577 | 2.008 | 7.835 | 4.757 | 5.338 |
| T2 | 0.606240857 | 0.322262881 | 0.024917357 | 0.192985929 | 0.158117357 | 0.096001524 | 2.046240833 | 0.754301633 | 0.949808133 |
| T3 | 42 | 42 | 42 | 42 | 42 | 42 | 30 | 30 | 30 |
| T4 | 252 | 252 | 252 | 252 | 252 | 252 | 180 | 180 | 180 |
| T5 | 7.9533E-04 | 1.1485E-03 | 4.3550E-04 | 1.6542E-03 | 1.3332E-03 | 1.3443E-03 | 2.6875E-03 | 2.5012E-03 | 4.0000E-03 |
| P | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 | 5 | 5 | 5 |
| Sr2 | 2.27238E-05 | 3.28143E-05 | 1.24429E-05 | 4.72619E-05 | 3.80905E-05 | 3.84095E-05 | 0.0001075 | 0.000100047 | 0.00016 |
| SL2 | 3.7873E-06 | 5.46905E-06 | 2.07381E-06 | 7.87698E-06 | 6.34841E-06 | 6.40159E-06 | 1.79167E-05 | 1.66744E-05 | 2.66667E-05 |
| SR2 | 2.65111E-05 | 3.82833E-05 | 1.45167E-05 | 5.51389E-05 | 4.44389E-05 | 4.48111E-05 | 0.000125417 | 0.000116721 | 0.000186667 |
| m | 0.120142857 | 0.087595238 | 0.024357143 | 0.067785714 | 0.061357143 | 0.047809524 | 0.261166667 | 0.158566667 | 0.177933333 |
| Sr | 0.004767 | 0.005728 | 0.003527 | 0.006875 | 0.006172 | 0.006198 | 0.010368 | 0.010002 | 0.012649 |
| SR | 0.005149 | 0.006187 | 0.003810 | 0.007426 | 0.006666 | 0.006694 | 0.011199 | 0.010804 | 0.013663 |
| r | 0.013347 | 0.016039 | 0.009877 | 0.019249 | 0.017281 | 0.017353 | 0.029031 | 0.028007 | 0.035418 |
| R | 0.014417 | 0.017325 | 0.010668 | 0.020792 | 0.018665 | 0.018744 | 0.031357 | 0.030251 | 0.038255 |

注：鉴于X射线荧光（XRF）光谱法具有极佳的重复性和精密度，大多数室内标准偏差非常小。因此，当实验室内数据或不同实验室间数据出现轻微偏差时，这些数据若被判定为离群值或异常值而被舍弃，将导致无法进行有效统计或出现统计异常。因此，本文在数据计算时未对这些数据进行剔除。

**附件G：氧化钆精密度数据统计（方法2）**

**1** 各实验室实验数据

表G.1 各实验室实验数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 | 水平9 |
| 包头稀土研究院 | 0.239 | 0.179 | 0.152 | 0.221 | 0.208 | 0.193 | 1.050 | 1.046 | 0.877 |
| 0.243 | 0.175 | 0.151 | 0.222 | 0.208 | 0.191 | 1.056 | 1.051 | 0.889 |
| 0.239 | 0.174 | 0.153 | 0.229 | 0.207 | 0.184 | 1.071 | 1.044 | 0.881 |
| 0.243 | 0.180 | 0.153 | 0.221 | 0.214 | 0.190 | 1.048 | 1.044 | 0.877 |
| 0.232 | 0.176 | 0.143 | 0.228 | 0.218 | 0.182 | 1.049 | 1.049 | 0.884 |
| 0.235 | 0.176 | 0.153 | 0.233 | 0.209 | 0.188 | 1.069 | 1.045 | 0.886 |
| 虔东稀土集团股份有限公司 | 0.214 | 0.166 | 0.132 | 0.201 | 0.142 | 0.111 | 0.993 | 0.979 | 0.859 |
| 0.227 | 0.163 | 0.124 | 0.199 | 0.146 | 0.101 | 0.978 | 0.952 | 0.848 |
| 0.225 | 0.159 | 0.133 | 0.193 | 0.146 | 0.103 | 0.988 | 0.966 | 0.858 |
| 0.219 | 0.157 | 0.129 | 0.195 | 0.145 | 0.103 | 0.990 | 0.959 | 0.869 |
| 0.216 | 0.171 | 0.119 | 0.200 | 0.141 | 0.103 | 0.996 | 0.966 | 0.879 |
| 0.220 | 0.164 | 0.131 | 0.193 | 0.149 | 0.112 | 0.971 | 0.971 | 0.865 |
| 湖南稀土金属材料研究院有限责任公司 | 0.241 | 0.185 | 0.148 | 0.238 | 0.212 | 0.192 | 1.037 | 1.035 | 0.874 |
| 0.238 | 0.178 | 0.151 | 0.237 | 0.205 | 0.187 | 1.042 | 1.033 | 0.871 |
| 0.236 | 0.182 | 0.147 | 0.251 | 0.214 | 0.194 | 1.034 | 1.041 | 0.869 |
| 0.237 | 0.186 | 0.152 | 0.233 | 0.209 | 0.188 | 1.045 | 1.029 | 0.866 |
| 0.242 | 0.178 | 0.149 | 0.236 | 0.202 | 0.191 | 1.036 | 1.032 | 0.875 |
| 0.235 | 0.179 | 0.157 | 0.239 | 0.216 | 0.182 | 1.041 | 1.036 | 0.872 |
| 赣州艾科锐检测技术有限公司 | 0.228 | 0.168 | 0.135 | 0.208 | 0.141 | 0.103 | 0.975 | 0.971 | 0.856 |
| 0.226 | 0.157 | 0.136 | 0.198 | 0.147 | 0.105 | 0.986 | 0.958 | 0.849 |
| 0.224 | 0.159 | 0.129 | 0.195 | 0.149 | 0.109 | 0.979 | 0.979 | 0.858 |
| 0.228 | 0.163 | 0.121 | 0.194 | 0.146 | 0.111 | 0.991 | 0.967 | 0.890 |
| 0.225 | 0.172 | 0.125 | 0.205 | 0.147 | 0.112 | 0.981 | 0.969 | 0.876 |
| 0.226 | 0.173 | 0.119 | 0.208 | 0.143 | 0.107 | 0.983 | 0.967 | 0.885 |
| 钨与稀土 | 0.202 | 0.189 | 0.158 | 0.231 | 0.218 | 0.205 | 1.058 | 1.098 | 0.889 |
| 0.218 | 0.174 | 0.162 | 0.242 | 0.226 | 0.196 | 1.106 | 1.115 | 0.905 |
| 0.196 | 0.182 | 0.153 | 0.236 | 0.205 | 0.213 | 1.048 | 1.035 | 0.912 |
| 0.223 | 0.178 | 0.156 | 0.228 | 0.227 | 0.204 | 1.088 | 1.105 | 0.882 |
| 0.213 | 0.175 | 0.164 | 0.238 | 0.216 | 0.195 | 1.096 | 1.095 | 0.892 |
| 0.205 | 0.182 | 0.158 | 0.235 | 0.209 | 0.192 | 1.054 | 1.116 | 0.905 |
| 国标（北京）检验认证有限公司 | 0.258 | 0.167 | 0.139 | 0.214 | 0.176 | 0.154 |  |  |  |
| 0.247 | 0.167 | 0.136 | 0.217 | 0.178 | 0.149 |  |  |  |
| 0.249 | 0.166 | 0.137 | 0.209 | 0.178 | 0.153 |  |  |  |
| 0.247 | 0.161 | 0.135 | 0.210 | 0.169 | 0.141 |  |  |  |
| 0.249 | 0.162 | 0.132 | 0.212 | 0.172 | 0.151 |  |  |  |
| 0.247 | 0.171 | 0.137 | 0.209 | 0.176 | 0.147 |  |  |  |
| 国合通用（青岛）测试评价有限公司 | 0.231 | 0.173 | 0.149 | 0.223 | 0.202 | 0.183 |  |  |  |
| 0.238 | 0.171 | 0.151 | 0.214 | 0.205 | 0.181 |  |  |  |
| 0.234 | 0.168 | 0.143 | 0.207 | 0.197 | 0.194 |  |  |  |
| 0.241 | 0.175 | 0.153 | 0.214 | 0.198 | 0.183 |  |  |  |
| 0.240 | 0.173 | 0.141 | 0.212 | 0.189 | 0.189 |  |  |  |
| 0.231 | 0.171 | 0.153 | 0.223 | 0.204 | 0.180 |  |  |  |

表G.2 各单元平均值（%）

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 | 水平9 |
| 包头稀土研究院 | 0.2385 | 0.1767 | 0.1508 | 0.2257 | 0.2107 | 0.1880 | 1.0572 | 1.0465 | 0.8823 |
| 虔东稀土集团股份有限公司 | 0.2202 | 0.1633 | 0.1280 | 0.1968 | 0.1448 | 0.1055 | 0.9860 | 0.9655 | 0.8630 |
| 湖南稀土金属材料研究院有限责任公司 | 0.2382 | 0.1813 | 0.1507 | 0.2390 | 0.2097 | 0.1890 | 1.0392 | 1.0343 | 0.8712 |
| 赣州艾科锐检测技术有限公司 | 0.2262 | 0.1653 | 0.1275 | 0.2013 | 0.1455 | 0.1078 | 0.9825 | 0.9685 | 0.8690 |
| 钨与稀土 | 0.2095 | 0.1800 | 0.1585 | 0.2350 | 0.2168 | 0.2008 | 1.0750 | 1.0940 | 0.8975 |
| 国标（北京）检验认证有限公司 | 0.2495 | 0.1657 | 0.1360 | 0.2118 | 0.1748 | 0.1492 |  |  |  |
| 国合通用（青岛）测试评价有限公司 | 0.2358 | 0.1718 | 0.1483 | 0.2155 | 0.1992 | 0.1850 |  |  |  |

表G.3 各单元的标准差

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 | 水平9 |
| 包头稀土研究院 | 0.004370 | 0.002338 | 0.003920 | 0.005046 | 0.004367 | 0.004243 | 0.010342 | 0.002881 | 0.004885 |
| 虔东稀土集团股份有限公司 | 0.005037 | 0.005007 | 0.005441 | 0.003601 | 0.002927 | 0.004722 | 0.009571 | 0.009354 | 0.010602 |
| 湖南稀土金属材料研究院有限责任公司 | 0.002787 | 0.003559 | 0.003615 | 0.006229 | 0.005391 | 0.004290 | 0.004167 | 0.004082 | 0.003312 |
| 赣州艾科锐检测技术有限公司 | 0.0016 | 0.0067 | 0.0071 | 0.0064 | 0.0029 | 0.0035 | 0.0056 | 0.0068 | 0.0169 |
| 钨与稀土 | 0.0103 | 0.0055 | 0.0040 | 0.0050 | 0.0088 | 0.0079 | 0.0246 | 0.0301 | 0.0115 |
| 国标（北京）检验认证有限公司 | 0.0043 | 0.0037 | 0.0024 | 0.0032 | 0.0036 | 0.0048 |  |  |  |
| 国合通用（青岛）测试评价有限公司 | 0.0044 | 0.0024 | 0.0052 | 0.0063 | 0.0059 | 0.0054 |  |  |  |

2 一致性和离群值的检查

2.1 柯克伦检验

按柯克伦检验统计量计算结果如表G.4。

表G.4 柯克伦检验

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室i | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 | 水平9 |
| Smax实验室 | 钨与稀土 | 赣州艾科锐检测技术有限公司 | 赣州艾科锐检测技术有限公司 | 赣州艾科锐检测技术有限公司 | 钨与稀土 | 钨与稀土 | 钨与稀土 | 钨与稀土 | 赣州艾科锐检测技术有限公司 |
| Smax值 | 0.010252 | 0.006713 | 0.007092 | 0.006439 | 0.008841 | 0.007885 | 0.024617 | 0.030146 | 0.016947 |
| ∑S2 | 1.9797E-04 | 1.3830E-04 | 1.5650E-04 | 1.9397E-04 | 1.9150E-04 | 1.8480E-04 | 8.5303E-04 | 1.0676E-03 | 5.6753E-04 |
| C | 0.5309 | 0.3259 | 0.3214 | 0.2138 | 0.4082 | 0.3364 | 0.7104 | 0.8513 | 0.5060 |
| 离群值（Y/N） | Y | N | N | N | N | N | Y | Y | N |
| 歧离值（Y/N） | N | N | N | N | Y | N | N | N | N |
| C临界 | 临界值C(0.01,5,6)=0.5875 临界值C(0.05,5,6)=0.5063  临界值C(0.01,7,6)=0.4659 临界值C(0.05,7,6)=0.3972 | | | | | | | | |

2.2 格拉布斯检验

表G.5 格拉布斯检验

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 统计量 | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 | 水平9 |
| 均值的平均值 | 0.23112 | 0.17202 | 0.14283 | 0.21788 | 0.18593 | 0.16076 | 1.02797 | 1.02177 | 0.87660 |
| 均值的标准差 | 1.3392E-02 | 7.4451E-03 | 1.2267E-02 | 1.6118E-02 | 3.0963E-02 | 4.0254E-02 | 4.1889E-02 | 5.4751E-02 | 1.3619E-02 |
| 最大均值 | 0.2495 | 0.1813 | 0.1585 | 0.2390 | 0.2168 | 0.2008 | 1.0750 | 1.0940 | 0.8975 |
| 最小均值 | 0.2095 | 0.1633 | 0.1275 | 0.1968 | 0.1448 | 0.1055 | 0.9825 | 0.9655 | 0.8630 |
| Gmax | 1.373 | 1.250 | 1.277 | 1.310 | 0.998 | 0.995 | 1.123 | 1.319 | 1.535 |
| Gmin | 1.614 | 1.167 | 1.250 | 1.306 | 1.327 | 1.373 | 1.085 | 1.028 | 0.999 |
| G临界 | 临界值G(0.01,5)= 1.764 临界值G(0.05,5)= 1.715  临界值G(0.01,7)= 2.139 临界值G(0.05,7)= 2.020 | | | | | | | | |

2.3 Sr、SR、r与R的计算

表G.6 精密度计算数据

|  | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 | 水平9 |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 总平均值 | 0.231 | 0.172 | 0.143 | 0.218 | 0.186 | 0.161 | 1.028 | 1.022 | 0.877 |
| T1 | 9.707 | 7.225 | 5.999 | 9.151 | 7.809 | 6.752 | 30.839 | 30.653 | 26.298 |
| T2 | 2.243472595 | 1.242872024 | 0.856857167 | 1.993828595 | 1.451916214 | 1.085464381 | 31.70146403 | 31.32021363 | 23.0528268 |
| T3 | 42 | 42 | 42 | 42 | 42 | 42 | 30 | 30 | 30 |
| T4 | 252 | 252 | 252 | 252 | 252 | 252 | 180 | 180 | 180 |
| T5 | 9.8983E-04 | 6.9150E-04 | 7.8250E-04 | 9.6983E-04 | 9.5750E-04 | 9.2400E-04 | 4.2652E-03 | 5.3378E-03 | 2.8377E-03 |
| P | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 | 5 | 5 | 5 |
| Sr2 | 2.8281E-05 | 1.97571E-05 | 2.23571E-05 | 2.77095E-05 | 2.73571E-05 | 0.0000264 | 0.000170607 | 0.000213513 | 0.000113507 |
| SL2 | 4.71349E-06 | 3.29286E-06 | 3.72619E-06 | 4.61825E-06 | 4.55952E-06 | 4.4E-06 | 2.84344E-05 | 3.55856E-05 | 1.89178E-05 |
| SR2 | 3.29944E-05 | 2.305E-05 | 2.60833E-05 | 3.23278E-05 | 3.19167E-05 | 3.08E-05 | 0.000199041 | 0.000249099 | 0.000132424 |
| m | 0.231119048 | 0.17202381 | 0.142833333 | 0.217880952 | 0.185928571 | 0.160761905 | 1.027966667 | 1.021766667 | 0.8766 |
| Sr | 0.005318 | 0.004445 | 0.004728 | 0.005264 | 0.005230 | 0.005138 | 0.013062 | 0.014612 | 0.010654 |
| SR | 0.005744 | 0.004801 | 0.005107 | 0.005686 | 0.005649 | 0.005550 | 0.014108 | 0.015783 | 0.011508 |
| r | 0.014890 | 0.012446 | 0.013239 | 0.014739 | 0.014645 | 0.014387 | 0.036573 | 0.040914 | 0.029831 |
| R | 0.016083 | 0.013443 | 0.014300 | 0.015920 | 0.015819 | 0.015539 | 0.039503 | 0.044192 | 0.032221 |

注：鉴于X射线荧光（XRF）光谱法具有极佳的重复性和精密度，大多数室内标准偏差非常小。因此，当实验室内数据或不同实验室间数据出现轻微偏差时，这些数据若被判定为离群值或异常值而被舍弃，将导致无法进行有效统计或出现统计异常。因此，本文在数据计算时未对这些数据进行剔除。

**附件H：氧化钇精密度数据统计（方法2）**

**1** 各实验室实验数据

表H.1 各实验室实验数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 | 水平9 |
| 包头稀土研究院 | 0.171 | 0.160 | 0.180 | 0.085 | 0.090 | 0.087 | 1.496 | 2.439 | 1.574 |
| 0.171 | 0.159 | 0.180 | 0.088 | 0.090 | 0.086 | 1.496 | 2.440 | 1.569 |
| 0.169 | 0.160 | 0.180 | 0.087 | 0.089 | 0.087 | 1.495 | 2.443 | 1.570 |
| 0.171 | 0.159 | 0.179 | 0.086 | 0.089 | 0.086 | 1.495 | 2.440 | 1.571 |
| 0.170 | 0.159 | 0.179 | 0.086 | 0.089 | 0.087 | 1.497 | 2.437 | 1.570 |
| 0.171 | 0.159 | 0.179 | 0.088 | 0.089 | 0.087 | 1.497 | 2.442 | 1.570 |
| 虔东稀土集团股份有限公司 | 0.151 | 0.149 | 0.093 | 0.111 | 0.059 | 0.054 | 1.433 | 2.394 | 1.546 |
| 0.155 | 0.143 | 0.089 | 0.114 | 0.060 | 0.055 | 1.451 | 2.390 | 1.548 |
| 0.158 | 0.139 | 0.083 | 0.109 | 0.060 | 0.055 | 1.436 | 2.400 | 1.546 |
| 0.154 | 0.131 | 0.091 | 0.124 | 0.060 | 0.056 | 1.441 | 2.372 | 1.560 |
| 0.150 | 0.141 | 0.095 | 0.119 | 0.061 | 0.059 | 1.431 | 2.386 | 1.559 |
| 0.152 | 0.147 | 0.092 | 0.113 | 0.062 | 0.059 | 1.437 | 2.396 | 1.551 |
| 湖南稀土金属材料研究院有限责任公司 | 0.153 | 0.159 | 0.178 | 0.092 | 0.089 | 0.088 | 1.483 | 2.380 | 1.482 |
| 0.154 | 0.158 | 0.178 | 0.088 | 0.089 | 0.087 | 1.485 | 2.384 | 1.487 |
| 0.152 | 0.159 | 0.179 | 0.091 | 0.091 | 0.088 | 1.486 | 2.386 | 1.485 |
| 0.156 | 0.160 | 0.180 | 0.090 | 0.090 | 0.086 | 1.483 | 2.379 | 1.483 |
| 0.155 | 0.157 | 0.181 | 0.089 | 0.090 | 0.088 | 1.485 | 2.390 | 1.486 |
| 0.153 | 0.159 | 0.180 | 0.090 | 0.091 | 0.087 | 1.484 | 2.384 | 1.488 |
| 赣州艾科锐检测技术有限公司 | 0.152 | 0.146 | 0.088 | 0.118 | 0.069 | 0.055 | 1.435 | 2.399 | 1.543 |
| 0.156 | 0.141 | 0.086 | 0.117 | 0.065 | 0.056 | 1.437 | 2.401 | 1.545 |
| 0.154 | 0.143 | 0.083 | 0.108 | 0.066 | 0.061 | 1.441 | 2.386 | 1.558 |
| 0.152 | 0.138 | 0.081 | 0.114 | 0.066 | 0.054 | 1.443 | 2.384 | 1.558 |
| 0.153 | 0.139 | 0.091 | 0.120 | 0.065 | 0.054 | 1.438 | 2.387 | 1.536 |
| 0.155 | 0.134 | 0.085 | 0.114 | 0.066 | 0.053 | 1.444 | 2.383 | 1.562 |
| 钨与稀土 | 0.159 | 0.148 | 0.186 | 0.145 | 0.085 | 0.086 | 1.689 | 2.358 | 1.529 |
| 0.168 | 0.156 | 0.192 | 0.152 | 0.096 | 0.092 | 1.712 | 2.368 | 1.523 |
| 0.172 | 0.152 | 0.181 | 0.148 | 0.092 | 0.086 | 1.688 | 2.391 | 1.514 |
| 0.158 | 0.149 | 0.186 | 0.146 | 0.088 | 0.088 | 1.702 | 2.385 | 1.535 |
| 0.165 | 0.155 | 0.193 | 0.144 | 0.089 | 0.090 | 1.705 | 2.375 | 1.524 |
| 0.155 | 0.153 | 0.188 | 0.153 | 0.092 | 0.087 | 1.698 | 2.385 | 1.513 |
| 国标（北京）检验认证有限公司 | 0.133 | 0.114 | 0.180 | 0.072 | 0.062 | 0.057 |  |  |  |
| 0.132 | 0.115 | 0.180 | 0.073 | 0.062 | 0.057 |  |  |  |
| 0.132 | 0.119 | 0.180 | 0.070 | 0.062 | 0.056 |  |  |  |
| 0.131 | 0.119 | 0.179 | 0.072 | 0.062 | 0.057 |  |  |  |
| 0.132 | 0.115 | 0.179 | 0.073 | 0.063 | 0.057 |  |  |  |
| 0.133 | 0.118 | 0.179 | 0.070 | 0.062 | 0.056 |  |  |  |
| 国合通用（青岛）测试评价有限公司 | 0.167 | 0.163 | 0.177 | 0.082 | 0.089 | 0.085 |  |  |  |
| 0.168 | 0.162 | 0.174 | 0.083 | 0.085 | 0.082 |  |  |  |
| 0.164 | 0.161 | 0.175 | 0.083 | 0.084 | 0.083 |  |  |  |
| 0.171 | 0.160 | 0.181 | 0.081 | 0.082 | 0.080 |  |  |  |
| 0.166 | 0.163 | 0.173 | 0.082 | 0.089 | 0.086 |  |  |  |
| 0.171 | 0.162 | 0.176 | 0.085 | 0.087 | 0.083 |  |  |  |

表H.2 各单元平均值（%）

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 | 水平9 |
| 包头稀土研究院 | 0.1705 | 0.1593 | 0.1795 | 0.0867 | 0.0893 | 0.0867 | 1.4960 | 2.4402 | 1.5707 |
| 虔东稀土集团股份有限公司 | 0.1533 | 0.1417 | 0.0905 | 0.1150 | 0.0603 | 0.0563 | 1.4382 | 2.3897 | 1.5517 |
| 湖南稀土金属材料研究院有限责任公司 | 0.1538 | 0.1587 | 0.1793 | 0.0900 | 0.0900 | 0.0873 | 1.4843 | 2.3838 | 1.4852 |
| 赣州艾科锐检测技术有限公司 | 0.1537 | 0.1402 | 0.0857 | 0.1152 | 0.0662 | 0.0555 | 1.4397 | 2.3900 | 1.5503 |
| 钨与稀土 | 0.1628 | 0.1522 | 0.1877 | 0.1480 | 0.0903 | 0.0882 | 1.6990 | 2.3770 | 1.5230 |
| 国标（北京）检验认证有限公司 | 0.1322 | 0.1167 | 0.1795 | 0.0717 | 0.0622 | 0.0567 |  |  |  |
| 国合通用（青岛）测试评价有限公司 | 0.1678 | 0.1618 | 0.1760 | 0.0827 | 0.0860 | 0.0832 |  |  |  |

表H.3 各单元的标准差

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 | 水平9 |
| 包头稀土研究院 | 0.000837 | 0.000516 | 0.000548 | 0.001211 | 0.000516 | 0.000516 | 0.000894 | 0.002137 | 0.001751 |
| 虔东稀土集团股份有限公司 | 0.002944 | 0.006408 | 0.004183 | 0.005550 | 0.001033 | 0.002160 | 0.007167 | 0.009913 | 0.006346 |
| 湖南稀土金属材料研究院有限责任公司 | 0.001472 | 0.001033 | 0.001211 | 0.001414 | 0.000894 | 0.000816 | 0.001211 | 0.004021 | 0.002317 |
| 赣州艾科锐检测技术有限公司 | 0.0016 | 0.0042 | 0.0036 | 0.0042 | 0.0015 | 0.0029 | 0.0036 | 0.0079 | 0.0104 |
| 钨与稀土 | 0.0066 | 0.0032 | 0.0044 | 0.0037 | 0.0038 | 0.0024 | 0.0093 | 0.0124 | 0.0085 |
| 国标（北京）检验认证有限公司 | 0.0008 | 0.0023 | 0.0005 | 0.0014 | 0.0004 | 0.0005 |  |  |  |
| 国合通用（青岛）测试评价有限公司 | 0.0028 | 0.0012 | 0.0028 | 0.0014 | 0.0028 | 0.0021 |  |  |  |

2 一致性和离群值的检查

2.1 柯克伦检验

按柯克伦检验统计量计算结果如表H.4。

表H.4 柯克伦检验

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室i | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 | 水平9 |
| Smax实验室 | 钨与稀土 | 虔东稀土集团股份有限公司 | 钨与稀土 | 虔东稀土集团股份有限公司 | 钨与稀土 | 国合通用（青岛）测试评价有限公司 | 钨与稀土 | 钨与稀土 | 赣州艾科锐检测技术有限公司 |
| Smax值 | 0.006555 | 0.006408 | 0.004412 | 0.005550 | 0.003830 | 0.002881 | 0.009338 | 0.012410 | 0.010405 |
| ∑S2 | 6.5500E-05 | 7.6367E-05 | 5.9700E-05 | 6.9767E-05 | 2.7133E-05 | 2.4500E-05 | 1.5350E-04 | 3.3540E-04 | 2.2937E-04 |
| C | 0.6560 | 0.5378 | 0.3261 | 0.4415 | 0.5405 | 0.3388 | 0.5681 | 0.4592 | 0.4720 |
| 离群值（Y/N） | Y | Y | N | N | Y | N | N | N | N |
| 歧离值（Y/N） | N | N | N | Y | N | N | Y | N | N |
| C临界 | 临界值C(0.01,5,6)=0.5875 临界值C(0.05,5,6)=0.5063  临界值C(0.01,7,6)=0.4659 临界值C(0.05,7,6)=0.3972 | | | | | | | | |

2.2 格拉布斯检验

表H.5 格拉布斯检验

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 统计量 | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 | 水平9 |
| 均值的平均值 | 0.15631 | 0.14721 | 0.15402 | 0.10131 | 0.07776 | 0.07340 | 1.51143 | 2.39613 | 1.53617 |
| 均值的标准差 | 1.2790E-02 | 1.5968E-02 | 4.5206E-02 | 2.6230E-02 | 1.4089E-02 | 1.6203E-02 | 1.0802E-01 | 2.5178E-02 | 3.3187E-02 |
| 最大均值 | 0.1705 | 0.1618 | 0.1877 | 0.1480 | 0.0903 | 0.0882 | 1.6990 | 2.4402 | 1.5707 |
| 最小均值 | 0.1322 | 0.1167 | 0.0857 | 0.0717 | 0.0603 | 0.0555 | 1.4382 | 2.3770 | 1.4852 |
| Gmax | 1.109 | 0.916 | 0.744 | 1.780 | 0.892 | 0.911 | 1.736 | 1.749 | 1.040 |
| Gmin | 1.888 | 1.913 | 1.512 | 1.130 | 1.237 | 1.105 | 0.678 | 0.760 | 1.537 |
| G临界 | 临界值G(0.01,5)= 1.764 临界值G(0.05,5)= 1.715  临界值G(0.01,7)= 2.139 临界值G(0.05,7)= 2.020 | | | | | | | | |

2.3 Sr、SR、r与R的计算

表A.6 精密度计算数据

|  | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 | 水平8 | 水平9 |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 总平均值 | 0.156 | 0.147 | 0.154 | 0.101 | 0.078 | 0.073 | 1.511 | 2.396 | 1.536 |
| T1 | 6.565 | 6.183 | 6.469 | 4.255 | 3.266 | 3.083 | 45.343 | 71.884 | 46.085 |
| T2 | 1.026172024 | 0.910225929 | 0.996380024 | 0.431072024 | 0.253970381 | 0.226306881 | 68.53292163 | 172.2436485 | 70.79424083 |
| T3 | 42 | 42 | 42 | 42 | 42 | 42 | 30 | 30 | 30 |
| T4 | 252 | 252 | 252 | 252 | 252 | 252 | 180 | 180 | 180 |
| T5 | 3.2750E-04 | 3.8183E-04 | 2.9850E-04 | 3.4883E-04 | 1.3567E-04 | 1.2250E-04 | 7.6750E-04 | 1.6770E-03 | 1.1468E-03 |
| P | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 | 5 | 5 | 5 |
| Sr2 | 9.35714E-06 | 1.09095E-05 | 8.52857E-06 | 9.96667E-06 | 3.87619E-06 | 0.0000035 | 0.0000307 | 6.708E-05 | 4.58733E-05 |
| SL2 | 1.55952E-06 | 1.81825E-06 | 1.42143E-06 | 1.66111E-06 | 6.46032E-07 | 5.83333E-07 | 5.11667E-06 | 1.118E-05 | 7.64556E-06 |
| SR2 | 1.09167E-05 | 1.27278E-05 | 9.95E-06 | 1.16278E-05 | 4.52222E-06 | 4.08333E-06 | 3.58167E-05 | 7.826E-05 | 5.35189E-05 |
| m | 0.156309524 | 0.147214286 | 0.15402381 | 0.101309524 | 0.077761905 | 0.073404762 | 1.511433333 | 2.396133333 | 1.536166667 |
| Sr | 0.003059 | 0.003303 | 0.002920 | 0.003157 | 0.001969 | 0.001871 | 0.005541 | 0.008190 | 0.006773 |
| SR | 0.003304 | 0.003568 | 0.003154 | 0.003410 | 0.002127 | 0.002021 | 0.005985 | 0.008846 | 0.007316 |
| r | 0.008565 | 0.009248 | 0.008177 | 0.008840 | 0.005513 | 0.005238 | 0.015514 | 0.022933 | 0.018964 |
| R | 0.009251 | 0.009989 | 0.008832 | 0.009548 | 0.005954 | 0.005658 | 0.016757 | 0.024770 | 0.020484 |

注：鉴于X射线荧光（XRF）光谱法具有极佳的重复性和精密度，大多数室内标准偏差非常小。因此，当实验室内数据或不同实验室间数据出现轻微偏差时，这些数据若被判定为离群值或异常值而被舍弃，将导致无法进行有效统计或出现统计异常。因此，本文在数据计算时未对这些数据进行剔除。

**附件I：氧化铽精密度数据统计（方法2）**

**1** 各实验室实验数据

表I.1 各实验室实验数据

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
|  | 水平1 | 水平2 | 水平3 |
| 包头稀土研究院 | 0.153 | 0.239 | 0.196 |
| 0.152 | 0.238 | 0.191 |
| 0.146 | 0.247 | 0.193 |
| 0.148 | 0.245 | 0.199 |
| 0.149 | 0.242 | 0.190 |
| 0.149 | 0.239 | 0.192 |
| 虔东稀土集团股份有限公司 | 0.123 | 0.264 | 0.212 |
| 0.133 | 0.247 | 0.208 |
| 0.135 | 0.237 | 0.217 |
| 0.129 | 0.244 | 0.211 |
| 0.128 | 0.244 | 0.213 |
| 0.138 | 0.239 | 0.229 |
| 湖南稀土金属材料研究院有限责任公司 | 0.148 | 0.245 | 0.187 |
| 0.146 | 0.242 | 0.188 |
| 0.151 | 0.248 | 0.184 |
| 0.145 | 0.245 | 0.186 |
| 0.147 | 0.243 | 0.181 |
| 0.149 | 0.247 | 0.189 |
| 赣州艾科锐检测技术有限公司 | 0.121 | 0.249 | 0.202 |
| 0.122 | 0.250 | 0.214 |
| 0.131 | 0.239 | 0.213 |
| 0.120 | 0.259 | 0.201 |
| 0.124 | 0.244 | 0.205 |
| 0.135 | 0.247 | 0.203 |
| 钨与稀土 | 0.158 | 0.224 | 0.185 |
| 0.156 | 0.238 | 0.192 |
| 0.156 | 0.236 | 0.176 |
| 0.152 | 0.221 | 0.182 |
| 0.162 | 0.218 | 0.192 |
| 0.164 | 0.226 | 0.184 |

表I.2 各单元平均值（%）

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
|  | 水平1 | 水平2 | 水平3 |
| 包头稀土研究院 | 0.1495 | 0.2417 | 0.1935 |
| 虔东稀土集团股份有限公司 | 0.1310 | 0.2458 | 0.2150 |
| 湖南稀土金属材料研究院有限责任公司 | 0.1477 | 0.2450 | 0.1858 |
| 赣州艾科锐检测技术有限公司 | 0.1255 | 0.2480 | 0.2063 |
| 钨与稀土 | 0.1580 | 0.2272 | 0.1852 |

表I.3 各单元的标准差

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
|  | 水平1 | 水平2 | 水平3 |
| 包头稀土研究院 | 0.002588 | 0.003670 | 0.003391 |
| 虔东稀土集团股份有限公司 | 0.005404 | 0.009621 | 0.007457 |
| 湖南稀土金属材料研究院有限责任公司 | 0.002160 | 0.002280 | 0.002927 |
| 赣州艾科锐检测技术有限公司 | 0.0061 | 0.0067 | 0.0057 |
| 钨与稀土 | 0.0044 | 0.0081 | 0.0061 |

2 一致性和离群值的检查

2.1 柯克伦检验

按柯克伦检验统计量计算结果如表I.4。

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 实验室i | 水平1 | 水平2 | 水平3 |
| Smax实验室 | 赣州艾科锐检测技术有限公司 | 虔东稀土集团股份有限公司 | 虔东稀土集团股份有限公司 |
| Smax值 | 0.006091 | 0.009621 | 0.007457 |
| ∑S2 | 9.6867E-05 | 2.2180E-04 | 1.4610E-04 |
| C | 0.3830 | 0.4173 | 0.3806 |
| 离群值（Y/N） | N | N | N |
| 歧离值（Y/N） | N | N | N |
| C临界 | 临界值C(0.01,5,6)=0.5875 临界值C(0.05,5,6)=0.5063 | | |

表I.4 柯克伦检验

2.2 格拉布斯检验

表I.5 格拉布斯检验

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 统计量 | 水平1 | 水平2 | 水平3 |
| 均值的平均值 | 0.14233 | 0.24153 | 0.19717 |
| 均值的标准差 | 1.3574E-02 | 8.3478E-03 | 1.3114E-02 |
| 最大均值 | 0.1580 | 0.2480 | 0.2150 |
| 最小均值 | 0.1255 | 0.2272 | 0.1852 |
| Gmax | 1.154 | 0.775 | 1.360 |
| Gmin | 1.240 | 1.721 | 0.915 |
| C临界 | 临界值G(0.01,5)= 1.764 临界值G(0.05,5)= 1.715 | | |

2.3 Sr、SR、r与R的计算

表I.6 精密度计算数据

|  | 水平1 | 水平2 | 水平3 |
| --- | --- | --- | --- |
| 总平均值 | 0.142 | 0.242 | 0.197 |
| T1 | 4.27 | 7.246 | 5.915 |
| T2 | 0.607763333 | 1.750150533 | 1.166240833 |
| T3 | 30 | 30 | 30 |
| T4 | 180 | 180 | 180 |
| T5 | 4.8433E-04 | 1.1090E-03 | 7.3050E-04 |
| P | 5 | 5 | 5 |
| Sr2 | 1.93733E-05 | 0.00004436 | 0.00002922 |
| SL2 | 3.22889E-06 | 7.39333E-06 | 4.87E-06 |
| SR2 | 2.26022E-05 | 5.17533E-05 | 3.409E-05 |
| m | 0.142333333 | 0.241533333 | 0.197166667 |
| Sr | 0.004402 | 0.006660 | 0.005406 |
| SR | 0.004754 | 0.007194 | 0.005839 |
| r | 0.012324 | 0.018649 | 0.015136 |
| R | 0.013312 | 0.020143 | 0.016348 |

注：鉴于X射线荧光（XRF）光谱法具有极佳的重复性和精密度，大多数室内标准偏差非常小。因此，当实验室内数据或不同实验室间数据出现轻微偏差时，这些数据若被判定为离群值或异常值而被舍弃，将导致无法进行有效统计或出现统计异常。因此，本文在数据计算时未对这些数据进行剔除。

**附件J：氧化镝精密度数据统计（方法2）**

**1** 各实验室实验数据

表J.1 各实验室实验数据

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
|  | 水平1 | 水平2 | 水平3 |
| 包头稀土研究院 | 0.370 | 0.461 | 0.375 |
| 0.370 | 0.462 | 0.377 |
| 0.369 | 0.461 | 0.377 |
| 0.370 | 0.459 | 0.374 |
| 0.371 | 0.461 | 0.377 |
| 0.370 | 0.458 | 0.376 |
| 虔东稀土集团股份有限公司 | 0.391 | 0.477 | 0.319 |
| 0.388 | 0.479 | 0.317 |
| 0.381 | 0.468 | 0.313 |
| 0.379 | 0.487 | 0.333 |
| 0.386 | 0.478 | 0.314 |
| 0.383 | 0.466 | 0.324 |
| 湖南稀土金属材料研究院有限责任公司 | 0.365 | 0.457 | 0.366 |
| 0.363 | 0.456 | 0.367 |
| 0.367 | 0.452 | 0.369 |
| 0.364 | 0.455 | 0.365 |
| 0.365 | 0.459 | 0.367 |
| 0.366 | 0.453 | 0.365 |
| 赣州艾科锐检测技术有限公司 | 0.383 | 0.483 | 0.328 |
| 0.379 | 0.479 | 0.316 |
| 0.384 | 0.485 | 0.317 |
| 0.378 | 0.476 | 0.322 |
| 0.389 | 0.478 | 0.327 |
| 0.376 | 0.467 | 0.319 |
| 钨与稀土 | 0.365 | 0.458 | 0.385 |
| 0.374 | 0.446 | 0.376 |
| 0.362 | 0.435 | 0.392 |
| 0.368 | 0.451 | 0.382 |
| 0.376 | 0.446 | 0.377 |
| 0.371 | 0.447 | 0.391 |

表J.2 各单元平均值（%）

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
|  | 水平1 | 水平2 | 水平3 |
| 包头稀土研究院 | 0.3700 | 0.4603 | 0.3760 |
| 虔东稀土集团股份有限公司 | 0.3847 | 0.4758 | 0.3200 |
| 湖南稀土金属材料研究院有限责任公司 | 0.3650 | 0.4553 | 0.3665 |
| 赣州艾科锐检测技术有限公司 | 0.3815 | 0.4780 | 0.3215 |
| 钨与稀土 | 0.3693 | 0.4472 | 0.3838 |

表J.3 各单元的标准差

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
|  | 水平1 | 水平2 | 水平3 |
| 包头稀土研究院 | 0.000632 | 0.001506 | 0.001265 |
| 虔东稀土集团股份有限公司 | 0.004502 | 0.007731 | 0.007483 |
| 湖南稀土金属材料研究院有限责任公司 | 0.001414 | 0.002582 | 0.001517 |
| 赣州艾科锐检测技术有限公司 | 0.0048 | 0.0063 | 0.0051 |
| 钨与稀土 | 0.0054 | 0.0075 | 0.0068 |

2 一致性和离群值的检查

2.1 柯克伦检验

按柯克伦检验统计量计算结果如表J.4。

表J.4 柯克伦检验

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 实验室i | 水平1 | 水平2 | 水平3 |
| Smax实验室 | 钨与稀土 | 虔东稀土集团股份有限公司 | 虔东稀土集团股份有限公司 |
| Smax值 | 0.005354 | 0.007731 | 0.007483 |
| ∑S2 | 7.4033E-05 | 1.6527E-04 | 1.3197E-04 |
| C | 0.3872 | 0.3616 | 0.4243 |
| 离群值（Y/N） | N | N | N |
| 歧离值（Y/N） | N | N | N |
| C临界 | 临界值C(0.01,5,6)=0.5875 临界值C(0.05,5,6)=0.5063 | | |

2.2 格拉布斯检验

表J.5 格拉布斯检验

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 统计量 | 水平1 | 水平2 | 水平3 |
| 均值的平均值 | 0.37410 | 0.46333 | 0.35357 |
| 均值的标准差 | 8.4964E-03 | 1.3283E-02 | 3.0584E-02 |
| 最大均值 | 0.3847 | 0.4780 | 0.3838 |
| 最小均值 | 0.3650 | 0.4472 | 0.3200 |
| Gmax | 1.244 | 1.104 | 0.990 |
| Gmin | 1.071 | 1.217 | 1.098 |
| C临界 | 临界值G(0.01,5)= 1.764 临界值G(0.05,5)= 1.715 | | |

2.3 Sr、SR、r与R的计算

表J.6 精密度计算数据

|  | 水平1 | 水平2 | 水平3 |
| --- | --- | --- | --- |
| 总平均值 | 0.374 | 0.463 | 0.354 |
| T1 | 11.223 | 13.9 | 10.607 |
| T2 | 4.1985243 | 6.440333333 | 3.750281633 |
| T3 | 30 | 30 | 30 |
| T4 | 180 | 180 | 180 |
| T5 | 3.7017E-04 | 8.2633E-04 | 6.5983E-04 |
| P | 5 | 5 | 5 |
| Sr2 | 1.48067E-05 | 3.30533E-05 | 2.63933E-05 |
| SL2 | 2.46778E-06 | 5.50889E-06 | 4.39889E-06 |
| SR2 | 1.72744E-05 | 3.85622E-05 | 3.07922E-05 |
| m | 0.3741 | 0.463333333 | 0.353566667 |
| Sr | 0.003848 | 0.005749 | 0.005137 |
| SR | 0.004156 | 0.006210 | 0.005549 |
| r | 0.010774 | 0.016098 | 0.014385 |
| R | 0.011638 | 0.017388 | 0.015537 |

注：鉴于X射线荧光（XRF）光谱法具有极佳的重复性和精密度，大多数室内标准偏差非常小。因此，当实验室内数据或不同实验室间数据出现轻微偏差时，这些数据若被判定为离群值或异常值而被舍弃，将导致无法进行有效统计或出现统计异常。因此，本文在数据计算时未对这些数据进行剔除。

**附件K：氧化钬精密度数据统计（方法2）**

**1** 各实验室实验数据

表K.1 各实验室实验数据

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
|  | 水平1 | 水平2 | 水平3 |
| 包头稀土研究院 | 0.085 | 0.130 | 0.103 |
| 0.081 | 0.131 | 0.103 |
| 0.083 | 0.129 | 0.104 |
| 0.080 | 0.126 | 0.107 |
| 0.084 | 0.127 | 0.106 |
| 0.082 | 0.131 | 0.103 |
| 虔东稀土集团股份有限公司 | 0.099 | 0.119 | 0.108 |
| 0.089 | 0.134 | 0.111 |
| 0.087 | 0.127 | 0.106 |
| 0.091 | 0.124 | 0.105 |
| 0.095 | 0.121 | 0.118 |
| 0.094 | 0.127 | 0.112 |
| 湖南稀土金属材料研究院有限责任公司 | 0.079 | 0.137 | 0.110 |
| 0.078 | 0.135 | 0.109 |
| 0.080 | 0.140 | 0.112 |
| 0.081 | 0.139 | 0.110 |
| 0.082 | 0.138 | 0.111 |
| 0.076 | 0.137 | 0.110 |
| 赣州艾科锐检测技术有限公司 | 0.086 | 0.125 | 0.112 |
| 0.085 | 0.131 | 0.117 |
| 0.091 | 0.133 | 0.109 |
| 0.093 | 0.135 | 0.107 |
| 0.088 | 0.129 | 0.111 |
| 0.083 | 0.128 | 0.113 |
| 钨与稀土 | 0.095 | 0.124 | 0.102 |
| 0.086 | 0.115 | 0.115 |
| 0.082 | 0.122 | 0.114 |
| 0.086 | 0.128 | 0.114 |
| 0.078 | 0.116 | 0.106 |
| 0.081 | 0.124 | 0.108 |

表K.2 各单元平均值（%）

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
|  | 水平1 | 水平2 | 水平3 |
| 包头稀土研究院 | 0.0825 | 0.1290 | 0.1043 |
| 虔东稀土集团股份有限公司 | 0.0925 | 0.1253 | 0.1100 |
| 湖南稀土金属材料研究院有限责任公司 | 0.0793 | 0.1377 | 0.1103 |
| 赣州艾科锐检测技术有限公司 | 0.0877 | 0.1302 | 0.1115 |
| 钨与稀土 | 0.0847 | 0.1215 | 0.1098 |

表K.3 各单元的标准差

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
|  | 水平1 | 水平2 | 水平3 |
| 包头稀土研究院 | 0.001871 | 0.002098 | 0.001751 |
| 虔东稀土集团股份有限公司 | 0.004370 | 0.005317 | 0.004775 |
| 湖南稀土金属材料研究院有限责任公司 | 0.002160 | 0.001751 | 0.001033 |
| 赣州艾科锐检测技术有限公司 | 0.0038 | 0.0036 | 0.0034 |
| 钨与稀土 | 0.0059 | 0.0050 | 0.0053 |

2 一致性和离群值的检查

2.1 柯克伦检验

按柯克伦检验统计量计算结果如表K.4。

表K.4 柯克伦检验

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 实验室i | 水平1 | 水平2 | 水平3 |
| Smax实验室 | 钨与稀土 | 虔东稀土集团股份有限公司 | 钨与稀土 |
| Smax值 | 0.005922 | 0.005317 | 0.005307 |
| ∑S2 | 7.6600E-05 | 7.4200E-05 | 6.7000E-05 |
| C | 0.4578 | 0.3810 | 0.4204 |
| 离群值（Y/N） | N | N | N |
| 歧离值（Y/N） | N | N | N |
| C临界 | 临界值C(0.01,5,6)=0.5875 临界值C(0.05,5,6)=0.5063 | | |

2.2 格拉布斯检验

表K.5 格拉布斯检验

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 统计量 | 水平1 | 水平2 | 水平3 |
| 均值的平均值 | 0.08533 | 0.12873 | 0.10920 |
| 均值的标准差 | 5.0318E-03 | 6.0376E-03 | 2.7973E-03 |
| 最大均值 | 0.0925 | 0.1377 | 0.1115 |
| 最小均值 | 0.0793 | 0.1215 | 0.1043 |
| Gmax | 1.424 | 1.480 | 0.822 |
| Gmin | 1.192 | 1.198 | 1.740 |
| C临界 | 临界值G(0.01,5)= 1.764 临界值G(0.05,5)= 1.715 | | |

2.3 Sr、SR、r与R的计算

表K.6 精密度计算数据

|  | 水平1 | 水平2 | 水平3 |
| --- | --- | --- | --- |
| 总平均值 | 0.085 | 0.129 | 0.109 |
| T1 | 2.56 | 3.862 | 3.276 |
| T2 | 0.218453333 | 0.497168133 | 0.3577392 |
| T3 | 30 | 30 | 30 |
| T4 | 180 | 180 | 180 |
| T5 | 3.8300E-04 | 3.7100E-04 | 3.3500E-04 |
| P | 5 | 5 | 5 |
| Sr2 | 0.00001532 | 0.00001484 | 0.0000134 |
| SL2 | 2.55333E-06 | 2.47333E-06 | 2.23333E-06 |
| SR2 | 1.78733E-05 | 1.73133E-05 | 1.56333E-05 |
| m | 0.085333333 | 0.128733333 | 0.1092 |
| Sr | 0.003914 | 0.003852 | 0.003661 |
| SR | 0.004228 | 0.004161 | 0.003954 |
| r | 0.010959 | 0.010786 | 0.010250 |
| R | 0.011838 | 0.011651 | 0.011071 |

注：鉴于X射线荧光（XRF）光谱法具有极佳的重复性和精密度，大多数室内标准偏差非常小。因此，当实验室内数据或不同实验室间数据出现轻微偏差时，这些数据若被判定为离群值或异常值而被舍弃，将导致无法进行有效统计或出现统计异常。因此，本文在数据计算时未对这些数据进行剔除。

**附件L：氧化铒精密度数据统计（方法2）**

**1** 各实验室实验数据

表L.1 各实验室实验数据

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
|  | 水平1 | 水平2 | 水平3 |
| 包头稀土研究院 | 0.114 | 0.158 | 0.132 |
| 0.116 | 0.156 | 0.132 |
| 0.115 | 0.156 | 0.131 |
| 0.113 | 0.155 | 0.130 |
| 0.113 | 0.155 | 0.130 |
| 0.111 | 0.157 | 0.129 |
| 虔东稀土集团股份有限公司 | 0.113 | 0.187 | 0.116 |
| 0.109 | 0.189 | 0.109 |
| 0.107 | 0.185 | 0.112 |
| 0.110 | 0.189 | 0.115 |
| 0.108 | 0.177 | 0.111 |
| 0.112 | 0.189 | 0.114 |
| 湖南稀土金属材料研究院有限责任公司 | 0.109 | 0.162 | 0.138 |
| 0.108 | 0.165 | 0.139 |
| 0.109 | 0.164 | 0.140 |
| 0.110 | 0.163 | 0.139 |
| 0.107 | 0.161 | 0.141 |
| 0.111 | 0.164 | 0.140 |
| 赣州艾科锐检测技术有限公司 | 0.106 | 0.183 | 0.112 |
| 0.101 | 0.179 | 0.116 |
| 0.107 | 0.175 | 0.108 |
| 0.112 | 0.178 | 0.107 |
| 0.113 | 0.177 | 0.112 |
| 0.115 | 0.183 | 0.113 |
| 钨与稀土 | 0.125 | 0.148 | 0.112 |
| 0.128 | 0.152 | 0.125 |
| 0.119 | 0.156 | 0.126 |
| 0.132 | 0.145 | 0.118 |
| 0.128 | 0.152 | 0.122 |
| 0.126 | 0.149 | 0.121 |

表L.2 各单元平均值（%）

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
|  | 水平1 | 水平2 | 水平3 |
| 包头稀土研究院 | 0.1137 | 0.1562 | 0.1307 |
| 虔东稀土集团股份有限公司 | 0.1098 | 0.1860 | 0.1128 |
| 湖南稀土金属材料研究院有限责任公司 | 0.1090 | 0.1632 | 0.1395 |
| 赣州艾科锐检测技术有限公司 | 0.1090 | 0.1792 | 0.1113 |
| 钨与稀土 | 0.1263 | 0.1503 | 0.1207 |

表L.3 各单元的标准差

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
|  | 水平1 | 水平2 | 水平3 |
| 包头稀土研究院 | 0.001751 | 0.001169 | 0.001211 |
| 虔东稀土集团股份有限公司 | 0.002317 | 0.004690 | 0.002639 |
| 湖南稀土金属材料研究院有限责任公司 | 0.001414 | 0.001472 | 0.001049 |
| 赣州艾科锐检测技术有限公司 | 0.0053 | 0.0033 | 0.0033 |
| 钨与稀土 | 0.0043 | 0.0038 | 0.0051 |

2 一致性和离群值的检查

2.1 柯克伦检验

按柯克伦检验统计量计算结果如表L.4。

表L.4 柯克伦检验

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 实验室i | 水平1 | 水平2 | 水平3 |
| Smax实验室 | 赣州艾科锐检测技术有限公司 | 虔东稀土集团股份有限公司 | 钨与稀土 |
| Smax值 | 0.005254 | 0.004690 | 0.005125 |
| ∑S2 | 5.6700E-05 | 5.0767E-05 | 4.6867E-05 |
| C | 0.4868 | 0.4334 | 0.5605 |
| 离群值（Y/N） | N | N | N |
| 歧离值（Y/N） | N | N | Y |
| C临界 | 临界值C(0.01,5,6)=0.5875 临界值C(0.05,5,6)=0.5063 | | |

2.2 格拉布斯检验

表L.5 格拉布斯检验

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 统计量 | 水平1 | 水平2 | 水平3 |
| 均值的平均值 | 0.11357 | 0.16697 | 0.12300 |
| 均值的标准差 | 7.3933E-03 | 1.5156E-02 | 1.1999E-02 |
| 最大均值 | 0.1263 | 0.1860 | 0.1395 |
| 最小均值 | 0.1090 | 0.1503 | 0.1113 |
| Gmax | 1.727 | 1.256 | 1.375 |
| Gmin | 0.618 | 1.097 | 0.972 |
| C临界 | 临界值G(0.01,5)= 1.764 临界值G(0.05,5)= 1.715 | | |

2.3 Sr、SR、r与R的计算

表L.6 精密度计算数据

|  | 水平1 | 水平2 | 水平3 |
| --- | --- | --- | --- |
| 总平均值 | 0.114 | 0.167 | 0.123 |
| T1 | 3.407 | 5.009 | 3.69 |
| T2 | 0.386921633 | 0.836336033 | 0.45387 |
| T3 | 30 | 30 | 30 |
| T4 | 180 | 180 | 180 |
| T5 | 2.8350E-04 | 2.5383E-04 | 2.3433E-04 |
| P | 5 | 5 | 5 |
| Sr2 | 0.00001134 | 1.01533E-05 | 9.37333E-06 |
| SL2 | 1.89E-06 | 1.69222E-06 | 1.56222E-06 |
| SR2 | 1.323E-05 | 1.18456E-05 | 1.09356E-05 |
| m | 0.113566667 | 0.166966667 | 0.123 |
| Sr | 0.003367 | 0.003186 | 0.003062 |
| SR | 0.003637 | 0.003442 | 0.003307 |
| r | 0.009429 | 0.008922 | 0.008572 |
| R | 0.010184 | 0.009637 | 0.009259 |

注：鉴于X射线荧光（XRF）光谱法具有极佳的重复性和精密度，大多数室内标准偏差非常小。因此，当实验室内数据或不同实验室间数据出现轻微偏差时，这些数据若被判定为离群值或异常值而被舍弃，将导致无法进行有效统计或出现统计异常。因此，本文在数据计算时未对这些数据进行剔除。