

第 8 部分：多元素含量的测定
电感耦合等离子体原子发射光谱法

编制说明
（预审稿）

北矿检测技术有限公司

2024 年 11 月

钨钼铋锡多金属矿化学分析方法

第 8 部分：多元素含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

一、工作简况

（一）任务来源

根据 2023 年 11 月 2 日全国有色金属标准化技术委员会《关于下达 2024 年第一批协会团体标准制修订计划的通知》（中色协科字〔2024〕17 号）的要求，团体标准《钨钼铋锡多金属矿化学分析方法 第 8 部分：多元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》制定项目由全国有色金属标准化技术委员会归口，项目计划编号：中色协科字〔2024〕17 号 2024-015-T/CNIA，由北矿检测技术股份有限公司负责起草，项目周期 18 个月。

（二）项目背景

钨、钼、铋、锡等金属矿产属于国家战略性矿产（《全国矿产资源规划》战略性矿产目录），目前单一钨、钼、铋、锡等金属矿石可采的高品位矿源越来越少，低品位复杂共生矿的综合利用越来越受重视。钨钼铋锡多金属矿是指主组分为钨、钼、铋、锡等多金属的矿石原料，它可以作为冶炼/回收钨、钼、铋、萤石、铁、硫等产品的重要原料之一。

目前国内有色行业中钨矿石、钼矿石现行的国家标准 GB/T 14352.19-2021《钨矿石、钼矿石化学分析方法 第 19 部分：铋、镉、钴、铜、铁、锂、镍、磷、铅、锗、钒和铀量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》，无钨、钼、锡等相关元素的分析方法，所适用的样品与钨钼铋锡多金属矿差异较大，针对钨钼铋锡多金属矿的分析标准方法尚处于空白。国外标准暂未查到同一多金属矿的相关信息。

（三）主要参加单位和工作组成员及其所做的工作

1 主要参加单位情况

本文件起草单位：北矿检测技术股份有限公司、洛阳栾川钼业集团股份有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、昆明冶金研究院有限公司、湖南柿竹园有色金属有限责任公司郴州钨制品分公司、大冶有色设计研究院有限公司、郴州市产商品质量监督检验所、国标（北京）检验认证有限公司。

其中北矿检测技术股份有限公司主要负责试验方案制定，试验样品收集和分布，分析方法研究，试验结果处理、标准文本、试验报告和编制说明撰写等工作；洛阳栾川钼业集团股份有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、昆明冶金研究院有限公司、湖南柿竹园有色金属有限责任公司郴州钨制品分公司为一验单位，主要负责对试验方案的条件实验进行验证，提供精密度和准确度测试数据，以及对方法提出意见；大冶有色设计研究院有限公司、郴州市产商品质量监督检验所、国标（北京）检验认证有限公司为二验单位，主要负责提供精密度实验数据，并对标准文本提出修改意见和建议。

标准牵头单位北矿检测技术股份有限公司源于 1956 年成立的北京矿冶研究总院分析研究室，是国务院国资委下属的中央企业二级控股子公司，证券代码为 873694。公司主要从事有色金属矿产资源检验检测、检测技术及仪器研发与服务，承担国际国内仲裁检验检测、国际标准及国家和行业标准研制、分析检测技术和仪器研发等工作。公司为国家重有色金属质量检验检测中心、国家进出口商品检验有色金属认可实验室、中国有色金属工业重金属质检中心、科技成果检测鉴定国家级检测机构，在国内有色金属分析领域具有权威地位，在国际上享有一定声誉。公司是国家高新技术企业、中关村高新技术企业、科技型中小企业、国家专精特新“小巨人”企业、北京市专精特新“小巨人”企业、创建世界一流专业领军示范企业、第一批“双百行动”试点单位。公司拥有 4 个国家级平台和 1 个北京市重点实验室，发布国家和行业标准 600 余项、牵头和参与制定国际标准 10 余项。公司牵头承担了“十三五”国家重大科学仪器设备开发专项，牵头承担国家十四五“关键矿产资源开发利用”国家重点研发计划等多项。标准起草单位北矿检测技术股份有限公司在标准的编制过程中，收集国内外相关技术标准，积极与钨钼铋锡多金属矿多金属矿区关企业进行沟通，确定钨钼铋锡多金属矿化学分析方法标准相关指标的需求、检测难点及应用情况，并收集相关试验代表样品，通过相关试验统计数据编写试验报告草案和标准文本草案。

本标准统一验证样品共计 32 个钨钼铋锡多金属矿，由北矿检测技术股份有限公司、湖南柿竹园有色金属有限责任公司、洛阳栾川钼业集团股份有限公司提供。

2 主要工作成员所负责的工作情况

本标准主要起草人：

本标准主要起草人及工作职责，见下表 1。

表 1 主要起草及工作职责

编号	单位	人员	分工
1	北矿检测技术有限公司（起草）	孙计先 刘春峰	标准起草、资料收集、标准文件和编制说明编写等
2	洛阳栾川钼业集团股份有限公司（一验）	李雪 万莹莹 杨云云 刘素娟 姚洪霞	提供样品、参与标准试验验证一验工作
3	中国有色桂林矿产地质研究院有限公司（一验）	唐碧玉 黄环	参与标准试验验证一验工作
4	昆明冶金研究院有限公司（一验）	余晓	参与标准试验验证一验工作
5	湖南柿竹园有色金属有限责任公司郴州钨制品分公司（一验）	侯贵琼、欧阳子菁	参与标准试验验证一验工作
6	大冶有色设计研究院有限公司（二验）	郑佩 潘晓玲	参与标准试验验证二验工作
7	郴州市产商品质量监督检验所	肖刘萍	参与标准试验验证二验工作
8	国标（北京）检验认证有限公司	胡梦桥	参与标准试验验证二验工作

（四）主要工作过程

北矿检测技术股份有限公司在接到标准制定任务后，成立标准编制组，召开标准项目编制启动会议，对标准编写工作进行部署和分工，主要工作过程分以下几个阶段：

1. 立项阶段

2023年11月北矿检测技术股份有限公司向全国有色金属标准化技术委员会稀有金属分标委全体委员会提交了团体标准《钨钼铋锡多金属矿化学分析方法 第8部分：多元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》立项申请，全体委员会议论证结论为同意团体标准立项。

2024年2月5日，中国有色金属工业协会发布了《关于下达2024年第一批协会团体标准制修订计划的通知》（中色协科字〔2024〕17号），正式下达该标准的起草任务，标准名称为《钨钼铋锡多金属矿化学分析方法 第8部分：多元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》，团体标准的制定任务由北矿检测技术股份有限公司负责起草，技术归口单位为全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）。项目计划编号为2024-015-T/CNIA，项目周期18个月，项目计划完成年限2025年。2024年7月讨论稿、2024年11月预审稿、2025年X月审定稿、2025年6月报批稿。

2. 起草阶段

2.1 任务落实

2024年4月北矿检测技术股份有限公司向全国有色金属标准化技术委员会稀有金属分标委全体委员会提交了团体标准《钨钼铋锡多金属矿化学分析方法 第8部分：多元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》项目建议书、标准草案及标准立项可研报告等材料。全国有色金属标准化技术委员会稀有金属分标委会组织会议对《钨钼铋锡多金属矿化学分析方法》系列中国有色金属协会标准进行了任务落实。会议确定了各方法的负责起草及一验、二验单位。起草单位：北矿检测技术股份有限公司；一验单位：洛阳栾川钼业集团股份有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、昆明冶金研究院有限公司、湖南柿竹园有色金属有限责任公司郴州钨制品分公司；二验单位：大冶有色设计研究院有限公司、郴州市产商品质量监督检验所、国标（北京）检验认证有限公司。

2.2 样品收集及试验研究阶段

北矿检测技术股份有限公司联合湖南柿竹园有色金属有限责任公司、洛阳栾川钼业集团股份有限公司等企业根据钨钼铋锡多金属矿的使用和应用情况，开展试验样品的成分设计、选材和制备，充分考虑了试验样品的代表性，制备涵盖多元素测定范围的31个不同梯度的样品。

2024年4月~5月编制组开展大量试验研究工作，形成方法研究报告以及标准文本和编制说明讨论稿。试验内容主要包括样品溶解方法的选择、酒石酸用量试验、混合熔剂熔融温度的选择、混合熔剂熔融时间的选择、共存离子干扰试验等影响因素的讨论，以及方法相关

精密度和准确度验证。

2.3 讨论

2024年7月24日~27日在山西省大同市召开有色金属标准工作会议，对《钨钼铋锡多金属矿化学分析方法 第8部分：多元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》团体标准进行讨论。

3 征求意见阶段

3.1 讨论会

28月~10月编制组结合讨论会各位专家的意见和建议，展开试验条件补充与标准文本格式修改的工作，主要有（1）增加待测元素测定波长的选择；（2）条件试验出现拐点的位置，对实验条件进行细化；（3）补充并优化酒石酸条件试验数据；（4）更新干扰试验数据；（5）回收率实验补充至三个不同水平的加标梯度数据。在10月中旬将试验报告发送至单位再次验证工作。10月~11月收集验证信息、意见和建议，汇总实验数据。

3.2 预审会

4. 审查阶段

5. 报批阶段

二、标准编制原则

（一）符合性

标准格式严格按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》、GB/T 20001.4-201《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》和 GB/T 6379.2-2004《测量方法与结果的准确度》的要求进行编写的。

（二）先进性

本次制订的标准重新考虑最新的钨钼铋锡多金属矿标准和市场行业需求，适应多金属矿的发展，对国内钨钼铋锡多金属矿相关行业的技术进步产生积极的促进作用。

（三）适用性：

本标准以满足我国钨钼铋锡多金属矿实际检测需求为原则，宜于应用，能够满足企业需求。标准方法为经典的化学分析方法，具有良好的操作性和适用性。

三、标准主要内容的确定依据及主要试验和验证情况分析

（一）标准的主要内容、确定的依据

1. 测定方法

试料经盐酸、硝酸、氢氟酸、高氯酸分解，采用酒石酸、盐酸浸取，试液于电感耦合等离子体光谱仪选定的条件下，测定钨、钼、铋、铁、镁、锰、钛、铅、锌、铜、砷的含量。

试料经过于混合熔剂（碳酸钠：碳酸钾：硼酸为1.5：1.5：0.7）于铂金坩锅中碱熔分解，采用酒石酸、盐酸浸取，试液经稀释后于电感耦合等离子体光谱仪选定的条件下，测定铝、锡的含量。本方法也适用于酸溶法无法彻底消解的样品中钨、钼、铋、钛的测定。

2. 测定范围

在制订本方法时，根据实际钨钼铋锡多金属矿结合日常检测样品的实际情况，确定了方法测定范围，见表1。

表1 测定范围

元素	测定范围 w/%	元素	测定范围 w/%
W	0.10~2.00	Fe	2.00~10.00
Mo	0.030~0.20	Mg	0.10~1.000
Bi	0.10~0.50	Mn	0.10~1.00
Sn	0.10~0.50	Pb	0.050~0.40
Al	3.00~8.00	Zn	0.10~0.50
Ti	0.050~1.00	Cu	0.050~0.20
As	0.050~0.20		

（二）试料前处理方法

1 溶样方式的选择

1.1 钨、钼、铋、铁、镁、锰、钛、铅、锌、铜、砷测定

对19#样品进行了不同条件的消解实验，采用硝酸+盐酸①、硝酸+盐酸+高氯酸②、硝酸+盐酸+氢氟酸③、硝酸+盐酸+高氯酸+氢氟酸④等4种混酸溶解样品，以盐酸加酒石酸浸取，并对其溶样效果作了对比。实验结果表明，在相同的溶样时间和温度下，以方法①消解样品，烧杯底部有大量白渣，以方法②消解样品，烧杯有大量白渣，以方法③消解样品，溶液中有少量黑渣，以方法④消解样品，消解效果较好，只有个别样品中有少量的白渣。通过过滤测定，并对回渣进行混合熔剂碱熔补正，发现方法④的白渣除铝以外，其他元素并未检出，因此，对钨、钼、铋、铁、镁、锰、钛、铅、锌、铜、砷测定采用硝酸+盐酸+高氯酸+氢氟酸进行消解。

1.2 钨、钼、铋、铝、钛酸溶、过氧化钠碱熔及混合熔剂碱熔结果对比

试验对样品1#中钨、钼、铋、钛元素素进行了酸溶、过氧化钠碱熔及混合熔剂碱熔的对比。采用ICP-AES测定，结果如表2所示：

表2 钨、钼、铋、铝、钛酸溶、过氧化钠碱熔及混合剂碱熔结果

元素	样品结果/(%)		
	酸溶	过氧化钠碱熔	混合熔剂碱熔
W	0.35	0.36	0.36
Mo	0.034	0.035	0.036
Bi	0.11	0.10	0.10
Al	4.73	-	5.34

Ti	0.083	0.085	0.084
----	-------	-------	-------

结果表明酸溶溶液有白渣，铝的测定结果明显偏低，酸溶无法完全将样品中的铝溶解出来，碱熔溶液清亮，能够将样品中的铝溶解完全，因此本方法采用碱熔法进行铝的测定。而对于钨、钼、铋、钛的测定以上三种溶样方式结果相差不大，为实验操作方便及有利于仪器维护起见，本文对钨、钼、铋、钛的测定采用酸溶法。

经四家一验单位：洛阳栾川钼业集团股份有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、昆明冶金研究院有限公司、湖南柿竹园有色金属有限责任公司柳州钨制品分公司验证实验（表3）表明，钨、钼、铋、钛的测定，以上三种溶样方式结果相差不大，与起草单位结论相符。

表3 钨、钼、铋、铝、钛酸溶、过氧化钠碱熔及混合剂碱熔结果（一验）

元素	样品结果/(%) (溶钼)		
	酸溶	过氧化钠碱熔	混合熔剂碱熔
W	0.35	0.34	0.34
Mo	0.034	0.036	0.036
Bi	0.11	0.1	0.09
Al	4.62	-	5.32
Ti	0.084	0.083	0.084
元素	样品结果/(%) (桂林有色)		
W	0.35	0.33	0.37
Mo	0.045	0.046	0.049
Bi	0.11	0.08	0.13
Al	4.71	-	5.09
Ti	0.089	0.093	0.099
元素	样品结果/(%) (昆冶)		
W	0.35	0.36	0.35
Mo	0.041	0.039	0.041
Bi	0.1	0.1	0.11
Al	4.57	-	5.28
Ti	0.086	0.087	0.085
元素	样品结果/(%) (柿竹园)		
W	0.35	0.36	0.35
Mo	0.041	0.039	0.041
Bi	0.1	0.1	0.11
Al	4.57	-	5.28
Ti	0.086	0.087	0.085

1.3 样品中锡元素过氧化钠碱熔与混合熔剂碱熔对比

试验对样品1#和脉锡原矿标准样品（Sn 标样值为0.93%）中锡元素进行了过氧化钠碱熔和混合剂碱熔的对比。采用ICP-AES测定，结果如表4所示。

表4 过氧化钠碱熔和混合剂碱熔结果

元素	1#样品结果/(%)		脉锡原矿标准样品	
	过氧化钠碱熔	混合剂碱熔	过氧化钠碱熔	混合剂碱熔
Sn	0.40	0.41	0.92	0.93
	0.42	0.42	0.91	0.92

结果表明两种方法结果无明显差异,所以本试验采用混合熔剂碱熔的方法分析锡,将铝元素和锡元素归到同一种分析方法中,简化实验流程。

经四家一验单位:洛阳栾川钼业集团股份有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、昆明冶金研究院有限公司、湖南柿竹园有色金属有限责任公司郴州钨制品分公司验证实验,表5表明相关结果与起草单位结论相符。

表5 过氧化钠碱熔和混合剂碱熔结果(一验)

元素	1#样品结果/(%) (洛钼)			
	过氧化钠碱熔	混合熔剂碱熔		
Sn	0.42	0.42		
	0.41	0.43		
元素	1#样品结果/(%) (桂林有色)		脉锡原矿标样(桂林有色)	
	过氧化钠碱熔	混合熔剂碱熔	过氧化钠碱熔	混合熔剂碱熔
Sn	0.39	0.42	0.89	0.95
	0.41	0.43	0.87	0.89
元素	1#样品结果/(%) (昆冶)		脉锡原矿标准样品(昆冶)	
	过氧化钠碱熔	混合熔剂碱熔	过氧化钠碱熔	混合熔剂碱熔
Sn	0.43	0.42	0.93	0.91
	0.43	0.41	0.94	0.9
元素	1#样品结果/(%) (柿竹园)		脉锡原矿标准样品(柿竹园)	
	过氧化钠碱熔	混合熔剂碱熔	过氧化钠碱熔	混合熔剂碱熔
Sn	0.41	0.43	1.07	1.05
	0.42	0.44	1.06	1.06

(三) 酒石酸用量试验

试验考察了不同浓度的酒石酸对测定结果的影响。分别取质量浓度为 1.00 $\mu\text{g/mL}$ 和 10.00 $\mu\text{g/mL}$ 的钨、钼、铋、铁、镁、锰、钛、铅、锌、铜、砷混合标准溶液,试验了酒石酸浓度为 2 g/L、5 g/L、10 g/L、20 g/L 时对其测定的影响。结果见表 6。

表6 酒石酸用量试验

混标加入量 $\rho/(\mu\text{g/mL})$	元素	测得量 $\rho/(\mu\text{g/mL})$			
		c(酒石酸) 2g/L	c(酒石酸)=5g/L	c(酒石酸)10g/L	c(酒石酸)20g/L
0.50	W	0.495	0.501	0.500	0.499
	Mo	0.502	0.501	0.501	0.502
	Bi	0.500	0.500	0.501	0.501
	Fe	0.498	0.499	0.500	0.502
	Mg	0.496	0.498	0.500	0.500

	Mn	0.499	0.501	0.502	0.497
	Ti	0.500	0.503	0.502	0.503
	Pb	0.502	0.504	0.504	0.503
	Zn	0.497	0.502	0.500	0.500
	Cu	0.496	0.498	0.499	0.500
	As	0.498	0.498	0.502	0.504
10.00	W	10.02	10.08	10.03	10.10
	Mo	10.00	9.98	9.99	10.03
	Bi	9.99	9.99	10.00	10.05
	Fe	9.97	10.00	10.10	10.08
	Mg	10.06	10.03	10.08	10.10
	Mn	9.97	10.06	10.07	10.08
	Ti	10.01	10.05	10.03	10.12
	Pb	10.00	9.96	9.95	10.02
	Zn	9.92	10.05	10.01	10.07
	Cu	10.05	9.92	10.05	10.08
	As	9.95	10.00	10.10	10.09

试验结果表明,加入 2~20 g/L 的酒石酸溶液,测定的数据基本没有变化,但考虑到钨在足够的酒石酸存在下比较稳定,为防止钨酸析出,使溶液更加澄清透亮,本试验选择测定溶液中酒石酸浓度为 10 g/L。

经四家一验单位:洛阳栾川钼业集团股份有限公司、昆明冶金研究院有限公司、湖南柿竹园有色金属有限责任公司郴州钨制品分公司(待补充)、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司(待补充)验证实验表 7 表明,相关结果与起草单位结论相符。

表 7 酒石酸用量试验

混标加入量 $\rho/(\mu\text{g/mL})$	元素	测得量 $\rho/(\mu\text{g/mL})$			
		c(酒石酸) 2g/L	c(酒石酸)=5g/L	c(酒石酸)10g/L	c(酒石酸)20g/L
一验洛钼					
0.50	W	0.498	0.502	0.501	0.499
	Mo	0.496	0.498	0.500	0.500
	Bi	0.499	0.501	0.502	0.497
	Fe	0.500	0.503	0.502	0.503
	Mg	0.502	0.501	0.501	0.502
	Mn	0.500	0.500	0.501	0.501
	Ti	0.496	0.498	0.499	0.500
	Pb	0.498	0.498	0.502	0.504
	Zn	0.500	0.503	0.502	0.503
	Cu	0.502	0.504	0.504	0.503
	As	0.495	0.501	0.500	0.499

10.00	W	9.98	10.00	10.01	9.99
	Mo	10.01	10.05	10.03	10.04
	Bi	10.00	9.96	9.95	10.02
	Fe	10.05	9.92	10.05	10.06
	Mg	9.95	10.00	10.10	10.03
	Mn	10.00	9.98	9.96	10.02
	Ti	9.92	10.05	10.01	10.04
	Pb	9.99	10.00	10.07	10.05
	Zn	10.06	10.03	10.08	10.06
	Cu	10.02	10.05	10.03	10.04
As	10.00	9.98	9.99	10.02	
一验昆明冶金					
0.50	W	0.498	0.499	0.505	0.498
	Mo	0.499	0.505	0.500	0.497
	Bi	0.499	0.502	0.502	0.498
	Fe	0.503	0.497	0.495	0.495
	Mg	0.504	0.498	0.501	0.503
	Mn	0.505	0.505	0.496	0.506
	Ti	0.503	0.496	0.496	0.495
	Pb	0.503	0.503	0.501	0.501
	Zn	0.499	0.502	0.505	0.497
	Cu	0.501	0.506	0.497	0.505
As	0.504	0.494	0.496	0.506	
10.00	W	9.97	10.02	10.01	10.02
	Mo	10.01	10.05	10.05	9.99
	Bi	9.99	10.01	9.97	10.03
	Fe	10.02	9.98	10.00	9.99
	Mg	9.99	9.98	9.99	9.96
	Mn	10.01	10.02	10.02	9.97
	Ti	10.05	10.03	10.00	10.03
	Pb	10.03	10.05	10.01	10.05
	Zn	10.04	10.04	10.00	10.04
	Cu	10.05	10.02	10.04	10.04
As	9.96	10.04	10.05	10.00	
中国有色桂林					
柿竹园郴州钨制品					

(四) 混合熔剂碱熔熔融温度的选择

本方法采用混合溶剂选取 1#样品中 Al 及 Sn 进行熔融实验，考察不同熔融温度对样品

熔解的影响，结果见表 10。

表 10 熔融温度的影响

熔样温度/℃	750	800	850	880	900	950
熔样效果	大量残渣	少量残渣	少量残渣	微量残渣	完全融解	完全融解
1#Al 测得值 w/%	4.50	4.72	4.85	5.20	5.30	5.28
1#Sn 测得值 w/%	0.23	0.35	0.36	0.38	0.41	0.42

实验结果表明，熔样温度低于 850℃时，样品有少量残渣，测定结果偏低，样品未完全融解，熔样温度大于等于 900℃，样品融解完全，本实验选择熔样温度为 900℃。

经四家一验单位：洛阳栾川钼业集团股份有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司（待补充）、昆明冶金研究院有限公司、湖南柿竹园有色金属有限责任公司郴州钨制品分公司（待补充）验证实验，表 11 表明，相关结果与起草单位结论相符。

表 11 熔融温度的影响（一验）

洛钼							
熔样温度/℃	750	800	850	880	900	950	
熔样效果	大量残渣	少量残渣	少量残渣	微量残渣	完全融解	完全融解	
1#Al 测得值 w/%	4.50	4.72	4.85	5.20	5.30	5.28	
1#Sn 测得值 w/%	0.23	0.35	0.36	0.38	0.41	0.42	
昆冶							
熔样温度/℃	750	800	850	880	900	950	
熔样效果	大量残渣	少量残渣	少量残渣	微量残渣	完全融解	完全融解	
1#Al 测得值 w/%	4.35	4.66	4.80	5.23	5.28	5.25	
1#Sn 测得值 w/%	0.27	0.34	0.38	0.40	0.42	0.42	
有色桂林							
柿竹园郴州钨制品							

（五）混合溶剂碱熔熔融时间的选择

本方法采用混合溶剂需在 900℃熔融，在此温度下，选取 1#样品中 Al 及 Sn 进行熔融实验，考察了不同熔样时间对样品融解的影响，结果见表 12。

表 12 熔融时间的影响

熔样时间/min	10	20	30	40
熔样效果	少量残渣	完全融解	完全融解	完全融解
1#Al 测得值 w/%	4.63	4.72	5.30	5.34
1#Sn 测得值 w/%	0.28	0.35	0.42	0.41

实验结果表明，熔样时间 10 分钟时，样品有少量残渣，测定结果偏低，样品未完全融解，

熔样时间在 20~40 分钟，样品融解完全，本实验选择熔样时间为 30 分钟。

经四家一验证单位：洛阳栾川钼业集团股份有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、昆明冶金研究院有限公司、湖南柿竹园有色金属有限责任公司郴州钨制品分公司验证实验，表 13 表明，相关结果与起草单位结论相符。

表 13 熔融时间的影响（一验）

洛钼				
熔样时间/min	10	20	30	40
熔样效果	少量残渣	完全融解	完全融解	完全融解
1#Al 测得值 w/%	4.63	5.06	5.3	5.31
1#Sn 测得值 w/%	0.31	0.39	0.42	0.4
桂林有色				
熔样效果	少量残渣	完全融解	完全融解	完全融解
1#Al 测得值 w/%	4.59	4.76	5.15	5.11
1#Sn 测得值 w/%	0.31	0.37	0.41	0.41
昆冶				
熔样效果	少量残渣	完全融解	完全融解	完全融解
1#Al 测得值 w/%	4.85	5.2	5.28	5.29
1#Sn 测得值 w/%	0.31	0.38	0.43	0.41
柿竹园				
熔样效果	少量残渣	完全融解	完全融解	完全融解
1#Al 测得值 w/%	4.53	4.75	5.35	5.41
1#Sn 测得值 w/%	0.3	0.32	0.42	0.41

（六）干扰试验

7.1 钨、钼、铋、铁、镁、锰、钛、铅、锌、铜、砷的干扰试验

钨钼锡多金属矿中主要存在元素有 Fe、Ca、Al、Mn、Mg、W、Si 等元素。其中 Fe 最高含量 20%，钙最高含量 20%，铝最高含量 10%，锰最高含量 5%，镁最高含量 5%，硅最高含量 3%，钨最高含量 2%，其他元素均低于 2%。向 100 mL 容量瓶中分别加入钨、钼、铋、镁、锰、钛、铅、锌、铜、砷标准溶液使其浓度为 0.50 $\mu\text{g/mL}$ 、10.00 $\mu\text{g/mL}$ ，通过在标准溶液中加入表 14 或表 15 中浓度的基体元素进行干扰实验。

表 14 单元素干扰实验测定结果（单位 $\mu\text{g/mL}$ ）

干扰元素/mg	W		Mo		Bi		Cu	
Fe40	0.50	10.02	0.48	9.97	0.49	10.03	0.49	10.05
Ca 40	0.49	10.04	0.50	10.03	0.48	9.86	0.50	10.08
Al20	0.50	10.08	0.49	9.86	0.50	10.07	0.50	10.02
Mn10	0.51	10.05	0.48	9.89	0.49	9.90	0.49	9.98
Mg10	0.50	9.98	0.41	9.98	0.48	10.00	0.48	10.08
W4	--	--	0.50	10.15	0.50	10.10	0.50	10.10

干扰元素 /mg	Mn		Mg		Ti		Pb		Zn		As	
	Fe40	0.50	10.10	0.48	9.96	0.50	10.03	0.49	10.11	0.50	10.14	0.50
Ca 40	0.50	9.91	0.50	9.80	0.49	9.92	0.48	9.75	0.48	9.78	0.48	10.08
Al20	0.49	10.05	0.50	10.04	0.50	10.06	0.50	10.02	0.49	10.10	0.50	10.06
Mn10	--	--	0.49	10.08	0.50	10.13	0.49	9.98	0.50	9.91	0.50	10.00
Mg10	0.47	9.97	--	--	0.50	9.86	0.48	10.08	0.50	10.05	0.50	9.94
W4	0.49	10.11	0.50	10.12	0.48	10.05	0.50	10.12	0.48	9.97	0.48	10.12

表 15 混合离子干扰实验测定结果 (单位: $\mu\text{g}/\text{mL}$)

共存离子/mg	待测元素	测定值	
Fe40、Ca 40、Al20、Mn10、Mg10	W	0.50	9.92
Fe40、Ca40、Al20、Mn10、Mg10、W4	Mo	0.50	10.16
Fe40、Ca 40、Al20、Mn10、Mg10、W4	Bi	0.49	9.97
Fe40、Ca 40、Al20、Mn10、Mg10、W4	Ti	0.50	10.05
Fe40、Ca 40、Al20、Mn10、W4	Mg	0.48	9.87
Fe40、Ca 40、Al20、Mg10、W4	Mn	0.50	9.90
Fe40、Ca 40、Al20、Mn10、Mg10、W4	Pb	0.49	9.84
Fe40、Ca 40、Al20、Mn10、Mg10、W4	Zn	0.50	9.86
Fe40、Ca 40、Al20、Mn10、Mg10、W4	Cu	0.48	10.02
Fe40、Ca 40、Al20、Mn10、Mg10、W4	As	0.49	9.93

实验结果表明:在 $\pm 5\%$ 的误差允许范围内,上述离子加入量的条件下,共存离子对测定元素干扰小。

经四家一验证单位:洛阳栾川钼业集团股份有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司(待补充)、昆明冶金研究院有限公司、湖南柿竹园有色金属有限责任公司郴州钨制品分公司(待补充)验证实验(表 16-表 20)表明,相关结果与起草单位结论相符。

表 16 单元素干扰实验测定结果 (单位 $\mu\text{g}/\text{mL}$) (洛钼一验)

干扰元素/mg	W		Mo		Bi		Cu	
Fe40	0.50	10.04	0.51	9.96	0.50	10.02	0.49	9.99
Ca 40	0.51	10.05	0.48	9.89	0.49	10.03	0.50	10.03
Al20	0.50	9.98	0.49	9.98	0.50	10.01	0.49	10.04
Mn10	0.48	10.00	0.48	10.04	0.49	9.96	0.50	10.02
Mg10	0.50	10.01	0.49	9.98	0.49	10.01	0.49	10.03
W4	--	--	0.50	10.02	0.50	9.94	0.50	10.02

干扰元素 /mg	Mn		Mg		Ti		Pb		Zn		As	
	Fe40	0.48	9.75	0.48	9.78	0.48	10.08	0.50	10.13	0.49	9.98	0.47
Ca 40	0.50	10.02	0.49	10.10	0.50	10.06	0.50	9.86	0.48	10.04	0.49	10.11
Al20	0.49	9.98	0.50	9.96	0.50	10.00	0.48	10.05	0.50	10.02		
Mn10	--	--			0.50	9.91	0.50	10.00	0.50	10.13	0.49	9.98
Mg10			--	--	0.50	10.05	0.50	9.94	0.50	9.86	0.48	10.08

W4					0.48	9.97	0.48	10.12	0.48	10.05	0.50	10.12
----	--	--	--	--	------	------	------	-------	------	-------	------	-------

表 17 单元素干扰实验测定结果 (单位 $\mu\text{g}/\text{mL}$) (桂林有色一验)

表 18 单元素干扰实验测定结果 (单位 $\mu\text{g}/\text{mL}$) (昆冶一验)

干扰元素 /mg	W		Mo		Bi		Cu		Mn	
Fe 40	0.506	9.98	0.497	9.95	0.498	10.06	0.504	10.01	0.500	10.02
Ca 40	0.502	10.00	0.505	10.08	0.506	9.94	0.495	10.00	0.500	10.07
Al 20	0.506	9.92	0.501	9.99	0.499	10.02	0.500	10.06	0.504	9.97
Mn 10	0.494	9.94	0.494	9.96	0.502	9.97	0.503	9.93	--	--
Mg 10	0.506	10.01	0.496	10.07	0.500	10.00	0.499	9.99	0.499	9.94
W 4	--	--	0.495	10.06	0.502	10.07	0.504	10.03	0.506	10.02

干扰元素 /mg	Mg		Ti		Pb		Zn		As	
Fe 40	0.501	10.06	0.505	10.06	0.494	10.07	0.506	10.05	0.497	9.92
Ca 40	0.502	9.97	0.501	10.06	0.495	10.08	0.501	10.00	0.503	10.07
Al 20	0.504	9.95	0.495	9.97	0.498	10.06	0.502	10.07	0.498	9.93
Mn 10	0.496	9.96	0.503	9.92	0.498	10.04	0.496	10.07	0.496	9.96
Mg 10	--	--	0.496	10.01	0.495	10.01	0.502	9.94	0.498	10.08
W 4	0.499	10.01	0.499	9.94	0.495	9.94	0.497	10.00	0.497	9.93

表 19 单元素干扰实验测定结果 (单位 $\mu\text{g}/\text{mL}$) (柿竹园一验)

表 20 混合离子干扰实验测定结果 (单位: $\mu\text{g}/\text{mL}$) (一验)

共存离子	待测元素	测定值 (洛钼)		测定值 (桂林有色)		测定值 (昆冶)		测定值 (柿竹园)	
共存离子组 1	W	0.51	9.98			0.508	10.03		
共存离子组 2	Mo	0.50	10.01			0.494	9.99		
共存离子组 3	Bi	0.48	9.97			0.493	10.03		
共存离子组 4	Ti	0.50	9.92			0.501	9.98		
共存离子组 5	Fe	0.49	9.94			0.496	9.99		
共存离子组 6	Mg	0.50	9.98			0.508	10.03		
共存离子组 7	Mn	0.48	10.02			0.499	10.00		
共存离子组 8	Pb	0.49	9.93			0.500	10.01		
共存离子组 9	Zn	0.48	9.92			0.497	10.01		
共存离子组 10	Cu	0.50	0.92			0.501	10.01		
共存离子组 11	As	0.51	9.98			0.508	10.03		

7.2 铝和锡的干扰试验

因为需稀释 10 倍后再进行测定, 所以干扰元素的含量也相应减小, 主要共存元素为铁、钙、铝, 分别配制浓度为 $1.00 \mu\text{g}/\text{mL}$ 的铝标准溶液和 $0.10 \mu\text{g}/\text{mL}$ 的锡标准溶液、 $20.00 \mu\text{g}/\text{mL}$

的铝标准溶液和 3.00 $\mu\text{g/mL}$ 的锡标准溶液，通过在标准溶液中加入共存元素进行干扰实验，测定结果见表 21 和表 22。

表 21 单元素对 Al、Sn 元素干扰实验测定结果（单位 $\mu\text{g/mL}$ ）

干扰元素/mg	Al		Sn	
Fe4	1.01	20.06	0.10	3.01
Ca4	1.01	20.04	0.099	3.02
Al2	--	--	0.10	3.00

表 22 混合离子对 Al、Sn 元素干扰实验测定结果（单位 $\mu\text{g/mL}$ ）

共存离子/mg	待测元素	测定值	
Fe4 Ca4	Al	1.03	20.09
Fe4 Ca4 Al2	Sn	0.10	3.04

采用过混合熔剂碱熔，稀释 10 倍后待测液中仍存在大量的钠离子、钾离子，因此，向 1.00 $\mu\text{g/mL}$ 和 10.00 $\mu\text{g/mL}$ 的铝、0.10 $\mu\text{g/mL}$ 和 2 $\mu\text{g/mL}$ 锡标液中加入不同量的钠离子、钾离子，考察碱基体对测定结果的影响，结果见表 23。

表 23 不同浓度碱基体对测定结果的影响

元素	加入量 $\rho/(\mu\text{g/mL})$	测得量 $\rho/(\mu\text{g/mL})$		
		加入试样空白体 积 0mL	加入试样空白体 积 10mL	加入试样空白体 积 20mL
Al	1.00	1.00	0.95	0.92
Sn	0.10	0.10	0.089	0.085
Al	10.00	9.95	9.56	9.35
Sn	2.00	2.03	1.82	1.73

实验结果表明，溶液中碱基体的浓度对铝和锡的测定有影响，随着碱基体浓度的增加，对铝和锡的干扰越大，因此，需采用基体匹配进行测定。

经四家一验证单位：洛阳栾川钼业集团股份有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司（待补充）、昆明冶金研究院有限公司、湖南柿竹园有色金属有限责任公司柳州钨制品分公司（待补充）验证实验（表 24-表 26）表明，相关结果与起草单位结论相符。

表 24 单元素对 Al、Sn 元素干扰实验测定结果（单位 $\mu\text{g/mL}$ ）（一验）

干扰元素/ μg	Al		Sn	
洛钼				
Fe20	1.03	20.01	0.097	2.98
Ca 30	1.00	19.98	0.098	3.01
Al10	--	--	0.101	2.99
桂林有色				
Fe20				
Ca 30				
Al10				
昆冶				
Fe20	0.99	19.97	0.099	2.99
Ca 30	1.01	20.03	0.103	3.02

Al10	--	--	0.105	3.02
柿竹园				
Fe20				
Ca 30				
Al10				

表 25 混合离子对 Al、Sn 元素干扰实验测定结果 (单位 $\mu\text{g}/\text{mL}$) (一验)

洛钼			
共存离子	待测元素	测定值	
Fe20 Ca30	Al	1.02	0.101
Fe20 Ca30 Al10	Sn	19.99	3.04
桂林有色			
Fe20 Ca30	Al		
Fe20 Ca30 Al10	Sn		
昆冶			
Fe20 Ca30	Al	0.98	20.05
Fe20 Ca30 Al10	Sn	0.098	3.03
柿竹园			
Fe20 Ca30	Al		
Fe20 Ca30 Al10	Sn		

表 26 不同浓度碱基体对测定结果的影响 (一验)

元素	加入量	测得量 ρ ($\mu\text{g}/\text{mL}$)		
	ρ (mg/mL)	加入试样空白体积 0mL	加入试样空白体积 10mL	加入试样空白体积 20mL
洛钼				
Al	1	1.02	0.94	0.93
Sn	0.1	0.11	0.092	0.088
Al	10	10.01	9.62	9.32
Sn	2	2	1.9	1.6
桂林有色				
Al	1	1	0.9	0.92
Sn	0.1	0.098	0.088	0.087
Al	10	10.03	9.6	9.26
Sn	2	1.97	1.9	1.87
昆冶				
Al	1	0.99	0.92	0.9
Sn	0.1	0.1	0.092	0.087
Al	10	9.93	9.47	9.19
Sn	2	2.01	1.86	1.77
柿竹园				
Al	1	1.02	0.94	0.93
Sn	0.1	0.11	0.092	0.088
Al	10	10.01	9.62	9.32
Sn	2	2	1.9	1.6

(七) 精密度实验

8.1 钨、钼、铋、铁、镁、锰、钛、铅、锌、铜、砷的精密度实验

分别对不同含量的钨钼铋锡多金属矿样品进行了 7 次独立测定, 计算其平均值和标准偏差, 结果见表 27。

表 27 钨、钼、铋、铁、镁、锰、钛、铅、锌、铜、砷精密度实验

元素	样品	测定结果							平均值 (%)	RSD(%)
W	1	0.36	0.34	0.34	0.36	0.34	0.35	0.36	0.35	2.86
	2	0.11	0.12	0.12	0.11	0.11	0.12	0.12	0.12	4.62
	3	0.89	0.91	0.92	0.93	0.92	0.88	0.89	0.91	2.10
	4	1.40	1.43	1.40	1.41	1.45	1.42	1.40	1.42	1.34
	5	2.04	1.98	2.04	2.01	2.11	2.05	1.98	2.03	2.24
Mo	1	0.035	0.036	0.038	0.036	0.038	0.037	0.036	0.037	3.10
	6	0.094	0.089	0.092	0.095	0.089	0.09	0.094	0.092	2.77
	7	0.14	0.13	0.13	0.14	0.15	0.14	0.13	0.14	5.51
	8	0.21	0.21	0.21	0.22	0.22	0.21	0.22	0.21	2.49
Bi	1	0.10	0.098	0.098	0.10	0.11	0.096	0.10	0.10	4.52
	9	0.23	0.23	0.25	0.23	0.25	0.25	0.23	0.24	4.48
	10	0.48	0.47	0.5	0.49	0.46	0.48	0.47	0.48	2.81
Fe	1	7.44	7.48	7.51	7.43	7.54	7.37	7.39	7.45	0.83
	11	2.3	2.26	2.31	2.28	2.25	2.3	2.29	2.28	0.97
	12	4.08	4.03	3.93	3.95	4.02	3.98	3.98	4.00	1.28
	13	4.87	5.06	4.92	4.98	5.05	4.88	5.02	4.97	1.60
	14	9.83	9.72	9.73	9.70	9.86	9.92	9.68	9.78	0.94
Mg	15	0.29	0.28	0.28	0.29	0.27	0.28	0.29	0.28	2.67
	13	0.38	0.37	0.38	0.39	0.40	0.38	0.37	0.38	2.80
	1	0.64	0.62	0.64	0.62	0.64	0.63	0.65	0.63	1.79
	16	0.82	0.81	0.83	0.81	0.82	0.81	0.82	0.82	0.93
	17	1.03	1.04	1.06	1.02	1.03	1.05	1.01	1.03	1.66
Mn	11	0.21	0.21	0.2	0.21	0.22	0.22	0.21	0.21	3.26
	8	0.36	0.36	0.35	0.37	0.36	0.35	0.36	0.36	1.92
	1	0.67	0.66	0.67	0.68	0.69	0.64	0.66	0.67	2.40
	18	0.86	0.88	0.87	0.86	0.88	0.86	0.87	0.87	1.04
	19	1.00	1.02	1.00	1.01	1.02	1.00	1.02	1.01	0.99
Ti	1	0.085	0.083	0.086	0.085	0.087	0.085	0.083	0.085	1.73
	20	0.45	0.43	0.46	0.44	0.43	0.46	0.45	0.45	2.85
	21	0.68	0.67	0.69	0.67	0.67	0.69	0.69	0.68	1.47
	22	0.99	0.96	0.99	1.00	0.98	0.97	1.01	0.99	1.74
Pb	23	0.076	0.078	0.080	0.075	0.078	0.08	0.076	0.078	2.56

	24	0.15	0.14	0.14	0.15	0.15	0.14	0.15	0.15	3.67
	25	0.22	0.22	0.23	0.21	0.22	0.22	0.21	0.22	3.16
	26	0.30	0.30	0.30	0.31	0.29	0.31	0.30	0.30	2.29
	27	0.39	0.38	0.38	0.4	0.38	0.38	0.39	0.39	2.04
Zn	23	0.12	0.12	0.11	0.12	0.11	0.12	0.11	0.12	4.62
	24	0.21	0.21	0.20	0.21	0.20	0.2	0.21	0.2057	2.60
	25	0.31	0.30	0.30	0.29	0.31	0.29	0.30	0.30	2.72
	26	0.39	0.41	0.41	0.40	0.39	0.39	0.40	0.40	2.26
	27	0.52	0.50	0.52	0.51	0.52	0.50	0.50	0.51	1.96
Cu	23	0.056	0.057	0.056	0.055	0.057	0.056	0.057	0.056	1.34
	24	0.086	0.084	0.083	0.084	0.086	0.083	0.084	0.084	1.49
	25	0.11	0.12	0.11	0.12	0.11	0.12	0.11	0.11	4.68
	26	0.15	0.15	0.14	0.15	0.15	0.14	0.14	0.15	3.67
	27	0.18	0.18	0.18	0.19	0.17	0.18	0.18	0.18	3.21
As	1	0.099	0.099	0.097	0.10	0.097	0.098	0.10	0.10	1.29
	9	0.062	0.063	0.062	0.06	0.059	0.062	0.062	0.061	2.27
	10	0.16	0.16	0.17	0.16	0.16	0.17	0.17	0.16	3.25

由表 27 可见，RSD 介于 0.83%~5.51%之间，方法精密度良好。

经 7 家验证单位：洛阳栾川钼业集团股份有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、昆明冶金研究院有限公司、湖南柿竹园有色金属有限责任公司郴州钨制品分公司、大冶有色设计研究院有限公司、郴州市产商品质量监督检验所、国标（北京）检验认证有限公司，验证实验，结果见表 28-表 34。

表 28 钨、钼、铋、铁、镁、锰、钛、铅、锌、铜、砷精密度实验（洛钼一验）

元素	样品	测定结果								RSD(%)
		平均值(%)								
W	1	0.34	0.35	0.35	0.36	0.35	0.36	0.35	0.35	1.96
	2	0.11	0.10	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	3.48
	3	0.89	0.90	0.92	0.90	0.89	0.91	0.90	0.90	1.19
	4	1.43	1.44	1.42	1.44	1.46	1.44	1.45	1.44	0.90
	5	1.98	1.99	2.02	2.03	2.00	2.06	2.04	2.02	1.42
Mo	1	0.037	0.036	0.035	0.034	0.036	0.037	0.035	0.036	3.12
	6	0.089	0.090	0.089	0.092	0.091	0.089	0.092	0.090	1.53
	7	0.14	0.14	0.13	0.14	0.14	0.13	0.14	0.14	3.56
	8	0.20	0.21	0.20	0.21	0.21	0.20	0.22	0.21	3.65
Bi	1	0.11	0.11	0.10	0.10	0.11	0.11	0.11	0.11	4.55
	9	0.24	0.25	0.25	0.26	0.25	0.26	0.24	0.25	3.27
	10	0.49	0.51	0.50	0.50	0.51	0.49	0.49	0.50	1.81
Fe	1	7.43	7.45	7.42	7.51	7.37	7.40	7.39	7.42	0.62
	11	2.32	2.34	2.27	2.26	2.29	2.31	2.23	2.29	1.66
	12	4.04	3.92	3.95	3.94	4.00	3.89	3.96	3.96	1.26

	13	5.08	4.91	4.95	4.88	4.94	4.98	5.02	4.97	1.36
	14	9.77	9.86	9.73	9.79	9.69	9.71	9.87	9.77	0.72
Mg	15	0.27	0.30	0.28	0.26	0.28	0.27	0.28	0.28	4.52
	13	0.39	0.38	0.36	0.35	0.37	0.39	0.39	0.38	4.31
	1	0.65	0.64	0.66	0.65	0.64	0.62	0.63	0.64	2.10
	16	0.84	0.85	0.85	0.82	0.81	0.84	0.82	0.83	1.93
	17	1.08	1.06	1.06	1.04	1.06	1.03	1.01	1.05	2.23
Mn	11	0.21	0.20	0.21	0.20	0.22	0.21	0.22	0.21	3.89
	8	0.35	0.36	0.34	0.35	0.36	0.34	0.36	0.35	2.56
	1	0.63	0.65	0.63	0.63	0.67	0.68	0.65	0.65	3.14
	18	0.84	0.87	0.85	0.87	0.84	0.82	0.85	0.85	2.09
	19	1.04	1.00	0.98	1.02	1.01	1.00	0.99	1.01	1.98
Ti	1	0.084	0.082	0.084	0.084	0.082	0.084	0.085	0.084	1.36
	20	0.44	0.45	0.46	0.44	0.43	0.46	0.44	0.45	2.54
	21	0.66	0.65	0.64	0.67	0.68	0.65	0.66	0.66	2.04
	22	0.96	0.97	0.99	0.94	0.98	0.92	1.00	0.97	2.92
Pb	23	0.073	0.076	0.077	0.079	0.074	0.077	0.078	0.076	2.80
	24	0.14	0.15	0.14	0.14	0.15	0.14	0.15	0.14	3.71
	25	0.21	0.22	0.22	0.21	0.22	0.20	0.21	0.21	3.55
	26	0.30	0.32	0.30	0.30	0.29	0.31	0.30	0.30	3.14
	27	0.40	0.41	0.40	0.39	0.38	0.38	0.39	0.39	2.83
Zn	23	0.11	0.12	0.12	0.11	0.12	0.11	0.12	0.12	4.62
	24	0.20	0.21	0.21	0.20	0.20	0.20	0.22	0.21	3.83
	25	0.30	0.29	0.29	0.28	0.31	0.29	0.30	0.29	3.32
	26	0.39	0.38	0.40	0.40	0.39	0.40	0.39	0.39	1.92
	27	0.49	0.50	0.50	0.49	0.51	0.50	0.52	0.50	2.13
Cu	23	0.059	0.056	0.054	0.057	0.056	0.053	0.058	0.056	3.77
	24	0.088	0.082	0.086	0.084	0.085	0.085	0.086	0.085	2.19
	25	0.11	0.11	0.11	0.11	0.12	0.11	0.11	0.11	3.39
	26	0.16	0.16	0.17	0.16	0.16	0.17	0.16	0.16	3.00
	27	0.19	0.19	0.20	0.19	0.18	0.20	0.19	0.19	3.61
As	1	0.099	0.098	0.100	0.101	0.100	0.099	0.098	0.099	1.12
	9	0.061	0.063	0.064	0.065	0.066	0.062	0.063	0.063	2.71
	10	0.15	0.16	0.16	0.17	0.16	0.16	0.16	0.16	3.61

表 29 钨、钼、铋、铁、镁、锰、钛、铅、锌、铜、砷精密度实验(桂林有色一验)

元素	样品	测定结果								RSD(%)
		平均值 (%)								
W	1	0.35	0.35	0.35	0.34	0.34	0.35	0.35	0.35	1.21
	2	0.10	0.11	0.10	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	4.17
	3	0.90	0.92	0.88	0.89	0.91	0.89	0.88	0.89	1.61
	4	1.39	1.39	1.39	1.38	1.40	1.43	1.36	1.39	1.50

	5	1.75	1.63	1.76	1.64	1.73	1.79	1.67	1.71	3.66
Mo	1	0.045	0.046	0.044	0.045	0.046	0.045	0.044	0.045	1.74
	6	0.098	0.097	0.099	0.099	0.098	0.099	0.097	0.10	0.91
	7	0.15	0.15	0.15	0.16	0.15	0.15	0.15	0.15	2.39
	8	0.22	0.23	0.22	0.23	0.23	0.22	0.22	0.22	1.10
Bi	1	0.10	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	2.45
	9	0.25	0.24	0.24	0.25	0.24	0.24	0.24	0.24	1.14
	10	0.50	0.50	0.50	0.49	0.49	0.49	0.50	0.49	1.28
Fe	1	7.39	7.34	7.56	7.45	7.48	7.46	7.42	7.44	0.92
	11	2.27	2.25	2.28	2.23	2.33	2.28	2.35	2.29	1.80
	12	3.97	4.03	4.00	3.92	3.99	3.97	4.04	3.99	1.00
	13	4.98	4.91	4.91	4.94	4.87	4.89	4.94	4.92	0.72
	14	9.67	9.75	9.73	9.89	9.71	9.82	9.83	9.77	0.77
Mg	15	0.30	0.29	0.29	0.30	0.29	0.30	0.30	0.29	1.22
	13	0.40	0.39	0.39	0.39	0.39	0.39	0.38	0.39	1.27
	1	0.63	0.66	0.66	0.63	0.65	0.64	0.65	0.64	2.04
	16	0.82	0.83	0.84	0.83	0.83	0.83	0.82	0.83	0.74
	17	1.03	1.05	1.02	1.06	1.07	1.04	1.05	1.04	1.59
Mn	11	0.21	0.21	0.21	0.21	0.21	0.21	0.22	0.21	1.10
	8	0.37	0.36	0.36	0.36	0.36	0.36	0.37	0.36	1.03
	1	0.66	0.67	0.67	0.69	0.67	0.67	0.68	0.67	1.12
	18	0.88	0.87	0.87	0.86	0.87	0.87	0.88	0.87	0.87
	19	1.03	1.03	1.02	1.01	1.04	1.03	1.02	1.02	0.79
Ti	1	0.089	0.092	0.093	0.089	0.091	0.085	0.087	0.089	3.20
	20	0.46	0.45	0.45	0.45	0.45	0.44	0.45	0.45	0.90
	21	0.68	0.68	0.67	0.67	0.68	0.67	0.68	0.68	0.85
	22	0.98	0.99	0.98	0.99	0.98	0.99	0.98	0.98	0.70
Pb	23	0.081	0.081	0.080	0.080	0.080	0.078	0.077	0.079	1.69
	24	0.15	0.14	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	1.79
	25	0.23	0.23	0.22	0.23	0.23	0.23	0.22	0.23	1.98
	26	0.31	0.31	0.32	0.31	0.31	0.31	0.30	0.31	1.87
	27	0.40	0.40	0.41	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40	0.83
Zn	23	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12	1.66
	24	0.21	0.21	0.21	0.21	0.21	0.21	0.22	0.21	1.68
	25	0.32	0.31	0.32	0.32	0.31	0.32	0.31	0.31	1.58
	26	0.41	0.41	0.40	0.42	0.41	0.41	0.41	0.41	0.97
	27	0.51	0.51	0.52	0.52	0.51	0.52	0.51	0.52	1.30
Cu	23	0.057	0.056	0.056	0.055	0.056	0.055	0.056	0.056	1.47
	24	0.085	0.084	0.083	0.084	0.085	0.084	0.086	0.084	0.91
	25	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12	0.11	0.12	2.19
	26	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.14	0.15	0.15	1.66

	27	0.18	0.19	0.19	0.19	0.19	0.19	0.18	0.19	1.19
As	1	0.101	0.097	0.099	0.100	0.095	0.097	0.099	0.098	1.87
	9	0.060	0.060	0.058	0.058	0.059	0.059	0.060	0.059	1.75
	10	0.15	0.15	0.15	0.14	0.14	0.15	0.14	0.15	2.84

表 30 钨、钼、铋、铁、镁、锰、钛、铅、锌、铜、砷精密度实验(昆冶一验)

元素	样品	测定结果							平均值 (%)	RSD(%)
W	1	0.35	0.33	0.33	0.34	0.36	0.34	0.35	0.34	3.41
	2	0.12	0.12	0.12	0.11	0.11	0.12	0.11	0.12	4.73
	3	0.89	0.90	0.89	0.88	0.88	0.89	0.90	0.89	1.00
	4	1.39	1.38	1.40	1.38	1.39	1.39	1.41	1.39	0.84
	5	1.97	1.99	1.98	2.00	1.99	1.98	1.99	1.99	0.38
Mo	1	0.041	0.041	0.039	0.038	0.040	0.040	0.039	0.040	2.64
	6	0.094	0.095	0.093	0.093	0.092	0.094	0.095	0.094	1.29
	7	0.18	0.17	0.16	0.16	0.17	0.15	0.16	0.16	4.58
	8	0.22	0.21	0.21	0.23	0.22	0.21	0.23	0.22	4.50
Bi	1	0.10	0.11	0.10	0.10	0.099	0.098	0.10	0.10	4.36
	9	0.27	0.28	0.26	0.26	0.27	0.25	0.26	0.26	3.91
	10	0.50	0.49	0.51	0.51	0.50	0.49	0.51	0.50	1.96
Fe	1	7.42	7.51	7.45	7.50	7.38	7.50	7.48	7.46	0.66
	11	2.37	2.33	2.30	2.32	2.30	2.31	2.32	2.32	0.52
	12	3.96	4.08	4.06	3.99	4.05	4.01	3.98	4.02	1.01
	13	5.01	5.07	5.02	4.99	4.96	5.00	5.05	5.01	0.81
	14	9.95	9.90	9.91	9.89	9.91	9.86	9.86	9.90	0.23
Mg	15	0.30	0.31	0.29	0.30	0.29	0.28	0.29	0.29	3.51
	13	0.40	0.39	0.39	0.38	0.39	0.41	0.39	0.39	2.50
	1	0.64	0.62	0.64	0.61	0.66	0.62	0.64	0.63	2.90
	16	0.81	0.82	0.79	0.81	0.81	0.80	0.82	0.81	1.45
	17	1.00	1.01	0.99	1.02	1.01	1.03	1.02	1.01	1.35
Mn	11	0.22	0.22	0.21	0.23	0.22	0.21	0.22	0.22	3.44
	8	0.38	0.39	0.38	0.38	0.37	0.39	0.38	0.38	1.97
	1	0.68	0.68	0.69	0.66	0.67	0.67	0.67	0.67	1.53
	18	0.90	0.90	0.88	0.89	0.88	0.88	0.89	0.89	0.92
	19	1.00	1.02	0.99	1.01	1.01	1.02	1.00	1.01	1.16
Ti	1	0.086	0.088	0.088	0.086	0.086	0.088	0.087	0.087	1.13
	20	0.47	0.47	0.47	0.47	0.46	0.45	0.46	0.46	1.76
	21	0.66	0.69	0.64	0.69	0.68	0.68	0.66	0.67	2.78
	22	1.01	0.99	0.99	0.96	0.99	0.97	0.98	0.98	1.29
Pb	23	0.076	0.077	0.078	0.076	0.077	0.076	0.076	0.077	1.07
	24	0.16	0.16	0.15	0.16	0.16	0.15	0.15	0.16	3.52
	25	0.23	0.24	0.22	0.23	0.23	0.23	0.24	0.23	3.25

	26	0.34	0.35	0.33	0.34	0.34	0.34	0.33	0.34	2.22
	27	0.43	0.43	0.42	0.41	0.41	0.41	0.42	0.42	1.95
Zn	23	0.12	0.12	0.13	0.12	0.13	0.12	0.13	0.12	4.30
	24	0.23	0.23	0.24	0.23	0.23	0.22	0.23	0.23	3.25
	25	0.34	0.34	0.33	0.32	0.32	0.33	0.32	0.33	2.48
	26	0.45	0.45	0.44	0.44	0.45	0.43	0.43	0.44	2.03
	27	0.57	0.56	0.57	0.58	0.56	0.59	0.56	0.57	2.22
Cu	23	0.055	0.056	0.053	0.053	0.054	0.055	0.054	0.054	2.05
	24	0.086	0.087	0.087	0.086	0.088	0.086	0.086	0.087	0.94
	25	0.12	0.11	0.12	0.12	0.12	0.11	0.12	0.12	4.41
	26	0.15	0.15	0.15	0.15	0.14	0.15	0.15	0.15	2.75
	27	0.19	0.19	0.19	0.19	0.18	0.19	0.18	0.19	2.76
As	1	0.094	0.097	0.096	0.095	0.094	0.094	0.096	0.10	1.27
	9	0.064	0.059	0.061	0.062	0.066	0.062	0.065	0.063	4.13
	10	0.14	0.15	0.15	0.15	0.16	0.15	0.14	0.15	4.26

表 31 钨、钼、铋、铁、镁、锰、钛、铅、锌、铜、砷精密度实验(柿竹园一验)

元素	样品	测定结果							平均值 (%)	RSD(%)
W	1	0.36	0.37	0.38	0.35	0.34	0.33	0.36	0.36	3.74
	2	0.11	0.12	0.12	0.13	0.11	0.11	0.12	0.12	5.00
	3	0.90	0.91	0.91	0.89	0.90	0.88	0.89	0.90	0.96
	4	1.41	1.43	1.39	1.41	1.43	1.42	1.38	1.41	1.05
	5	2.02	1.99	2.1	2.03	2.08	2.05	1.98	1.98	1.69
Mo	1	0.035	0.038	0.036	0.036	0.037	0.036	0.038	0.037	3.10
	6	0.096	0.09	0.093	0.082	0.089	0.09	0.094	0.091	3.88
	7	0.12	0.13	0.14	0.12	0.14	0.13	0.13	0.13	4.87
	8	0.20	0.21	0.20	0.22	0.22	0.21	0.20	0.21	3.34
Bi	1	0.10	0.10	0.12	0.10	0.11	0.10	0.10	0.10	6.40
	9	0.23	0.23	0.22	0.23	0.25	0.24	0.23	0.23	3.16
	10	0.48	0.46	0.49	0.49	0.46	0.48	0.47	0.48	2.07
Fe	1	7.10	7.33	7.51	7.23	7.32	7.43	7.39	7.33	1.42
	11	2.28	2.26	2.34	2.18	2.25	2.27	2.29	2.27	1.65
	12	4.08	3.95	3.93	3.95	4.05	3.98	3.98	3.99	1.08
	13	4.87	5.10	4.92	4.90	5.05	4.88	5.02	4.96	1.44
	14	9.50	9.72	9.63	9.70	9.75	9.92	9.68	9.70	1.01
Mg	15	0.30	0.28	0.29	0.29	0.27	0.29	0.29	0.29	2.57
	13	0.38	0.40	0.38	0.39	0.39	0.38	0.36	0.38	2.54
	1	0.65	0.62	0.65	0.62	0.62	0.63	0.64	0.63	1.69
	16	0.82	0.83	0.83	0.80	0.82	0.80	0.82	0.82	1.19
	17	1.04	1.04	1.05	1.02	1.04	1.05	1.03	1.04	0.80
Mn	11	0.20	0.21	0.22	0.21	0.21	0.22	0.21	0.21	2.53

	8	0.36	0.36	0.36	0.37	0.34	0.35	0.36	0.36	2.06
	1	0.67	0.65	0.67	0.68	0.67	0.63	0.66	0.66	1.96
	18	0.86	0.85	0.87	0.86	0.82	0.84	0.87	0.85	1.63
	19	1.00	1.05	1.00	1.01	1.04	1.01	1.02	1.02	1.48
Ti	1	0.07	0.08	0.08	0.09	0.08	0.09	0.08	0.08	4.99
	20	0.05	0.04	0.05	0.04	0.04	0.04	0.05	0.04	4.35
	21	0.68	0.66	0.69	0.67	0.67	0.68	0.69	0.68	1.27
	22	0.98	0.96	0.97	1.00	0.98	0.97	1.01	0.98	1.40
Pb	23	0.07	0.08	0.08	0.08	0.07	0.08	0.08	0.08	4.34
	24	0.15	0.15	0.14	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	1.97
	25	0.22	0.21	0.23	0.21	0.24	0.22	0.21	0.22	4.07
	26	0.30	0.30	0.28	0.30	0.30	0.31	0.30	0.30	2.33
	27	0.39	0.39	0.38	0.40	0.40	0.38	0.39	0.39	1.62
Zn	23	0.12	0.12	0.12	0.12	0.11	0.12	0.11	0.12	3.23
	24	0.21	0.21	0.20	0.22	0.20	0.20	0.21	0.21	2.83
	25	0.31	0.31	0.30	0.30	0.31	0.29	0.30	0.30	1.93
	26	0.39	0.40	0.41	0.38	0.38	0.39	0.40	0.39	2.19
	27	0.52	0.49	0.52	0.51	0.50	0.50	0.50	0.51	2.19
Cu	23	0.06	0.06	0.06	0.06	0.06	0.07	0.06	0.06	6.47
	24	0.09	0.09	0.08	0.09	0.09	0.08	0.08	0.09	2.70
	25	0.11	0.11	0.11	0.12	0.11	0.13	0.11	0.11	5.33
	26	0.15	0.15	0.13	0.15	0.14	0.14	0.14	0.14	4.10
	27	0.18	0.18	0.18	0.19	0.19	0.19	0.18	0.18	2.25
As	1	0.10	0.10	0.11	0.10	0.12	0.10	0.10	0.10	6.17
	9	0.06	0.06	0.05	0.06	0.05	0.06	0.06	0.06	7.72
	10	0.16	0.16	0.18	0.17	0.16	0.17	0.17	0.17	3.50

表 32 钨、钼、铋、铁、镁、锰、钛、铅、锌、铜、砷精密度实验(国标(北京)二验)

元素	样品	测定结果							平均值 (%)	RSD(%)
W	1	0.35	0.34	0.35	0.35	0.34	0.34	0.35	0.35	1.9
	2	0.10	0.11	0.11	0.11	0.10	0.12	0.11	0.11	3.9
	3	0.85	0.88	0.87	0.89	0.87	0.87	0.87	0.87	1.5
	4	1.37	1.37	1.37	1.37	1.34	1.38	1.37	1.37	1.0
	5	2.04	2.05	2.00	1.98	2.06	1.99	2.00	2.02	1.5
Mo	1	0.036	0.035	0.035	0.035	0.036	0.035	0.034	0.035	1.6
	6	0.092	0.092	0.091	0.092	0.091	0.092	0.091	0.091	0.72
	7	0.11	0.11	0.12	0.11	0.11	0.12	0.12	0.11	4.4
	8	0.20	0.20	0.19	0.21	0.19	0.19	0.20	0.20	3.5
Bi	1	0.099	0.100	0.100	0.097	0.097	0.097	0.099	0.098	1.3
	9	0.21	0.20	0.20	0.20	0.21	0.21	0.21	0.21	2.2
	10	0.48	0.48	0.47	0.49	0.47	0.48	0.48	0.48	1.2

Fe	1	7.21	7.53	7.44	7.35	7.40	7.13	7.33	7.34	1.9
	11	2.30	2.26	2.29	2.28	2.21	2.29	2.26	2.27	1.2
	12	4.12	4.03	4.03	4.22	4.02	4.04	4.23	4.10	2.3
	13	4.65	4.74	4.85	4.85	4.76	4.85	4.81	4.79	1.6
	14	9.59	9.99	9.77	9.70	9.77	9.45	9.91	9.74	1.9
Mg	15	0.27	0.30	0.29	0.30	0.28	0.29	0.28	0.29	3.3
	13	0.37	0.36	0.37	0.37	0.36	0.38	0.37	0.37	1.5
	1	0.62	0.60	0.61	0.62	0.62	0.62	0.60	0.61	1.5
	16	0.83	0.84	0.83	0.83	0.83	0.84	0.84	0.83	0.59
	17	1.03	1.05	1.04	1.03	1.05	1.03	1.03	1.04	0.85
Mn	11	0.21	0.21	0.21	0.20	0.21	0.20	0.20	0.20	1.7
	8	0.35	0.36	0.35	0.34	0.34	0.33	0.34	0.35	2.4
	1	0.63	0.64	0.64	0.64	0.64	0.64	0.64	0.64	0.54
	18	0.82	0.81	0.82	0.82	0.82	0.82	0.82	0.82	0.39
	19	1.01	0.99	0.98	0.99	0.98	0.98	1.01	0.99	1.3
Ti	1	0.082	0.083	0.081	0.082	0.083	0.083	0.083	0.082	0.80
	20	0.042	0.042	0.043	0.043	0.043	0.041	0.041	0.042	2.0
	21	0.64	0.64	0.66	0.65	0.64	0.65	0.64	0.64	1.1
	22	0.99	0.98	0.99	0.97	0.97	0.97	0.98	0.98	0.89
Pb	23	0.078	0.077	0.077	0.078	0.076	0.078	0.077	0.077	1.2
	24	0.14	0.14	0.13	0.13	0.13	0.14	0.13	0.13	2.3
	25	0.21	0.20	0.19	0.20	0.19	0.20	0.20	0.20	2.9
	26	0.31	0.31	0.30	0.30	0.30	0.31	0.31	0.30	1.9
	27	0.39	0.37	0.39	0.39	0.37	0.37	0.38	0.38	2.5
Zn	23	0.12	0.12	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	5.2
	24	0.20	0.20	0.19	0.20	0.20	0.19	0.19	0.20	2.0
	25	0.31	0.31	0.31	0.30	0.31	0.31	0.31	0.31	1.4
	26	0.38	0.38	0.38	0.39	0.37	0.38	0.39	0.38	1.4
	27	0.51	0.50	0.51	0.50	0.50	0.51	0.51	0.51	1.1
Cu	23	0.053	0.052	0.053	0.054	0.053	0.053	0.053	0.053	1.2
	24	0.083	0.084	0.083	0.084	0.084	0.083	0.085	0.084	0.88
	25	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	2.8
	26	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	1.8
	27	0.17	0.17	0.17	0.16	0.17	0.17	0.16	0.17	2.1
As	1	0.100	0.099	0.097	0.098	0.097	0.099	0.098	0.098	1.2
	9	0.059	0.061	0.060	0.062	0.060	0.061	0.060	0.060	1.6
	10	0.16	0.15	0.15	0.16	0.16	0.14	0.15	0.15	5.1

表 33 钨、钼、铋、铁、镁、锰、钛、铅、锌、铜、砷精密度实验(大冶二验)

元素	样品	测定结果								平均值 (%)	RSD(%)
W	1	0.30	0.32	0.34	0.33	0.31	0.32	0.34	0.32	4.68	
	2	0.12	0.11	0.11	0.12	0.12	0.11	0.11	0.11	4.86	

	3	0.85	0.88	0.84	0.86	0.85	0.88	0.84	0.86	1.98
	4	1.34	1.32	1.30	1.34	1.32	1.32	1.35	1.33	1.28
	5	1.95	1.94	1.91	1.96	1.93	1.97	1.98	1.95	1.24
Mo	1	0.044	0.040	0.043	0.040	0.039	0.041	0.040	0.041	4.45
	6	0.088	0.090	0.091	0.089	0.090	0.088	0.090	0.089	1.27
	7	0.14	0.14	0.14	0.14	0.13	0.14	0.14	0.14	2.70
	8	0.21	0.21	0.22	0.21	0.22	0.22	0.21	0.21	2.55
Bi	1	0.10	0.10	0.11	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	3.78
	9	0.24	0.25	0.23	0.24	0.25	0.23	0.24	0.24	3.40
	10	0.50	0.48	0.50	0.50	0.49	0.50	0.50	0.50	1.57
Fe	1	7.38	7.34	7.50	7.53	7.50	7.38	7.44	7.44	0.99
	11	2.21	2.25	2.26	2.30	2.36	2.29	2.27	2.28	2.05
	12	3.90	3.93	3.88	4.03	4.00	4.06	3.97	3.97	1.69
	13	4.90	5.09	5.00	5.02	4.96	5.03	4.99	5.00	1.19
	14	9.77	9.81	9.98	9.84	9.85	9.80	9.88	9.85	0.70
Mg	15	0.26	0.25	0.26	0.27	0.28	0.26	0.27	0.26	3.75
	13	0.34	0.36	0.37	0.37	0.36	0.37	0.38	0.36	3.53
	1	0.61	0.58	0.59	0.61	0.60	0.58	0.59	0.59	2.16
	16	0.80	0.80	0.79	0.79	0.81	0.81	0.80	0.80	1.02
	17	0.98	0.98	1.05	1.08	0.99	1.00	1.02	1.01	3.79
Mn	11	0.21	0.21	0.23	0.22	0.22	0.21	0.22	0.22	3.44
	8	0.35	0.37	0.36	0.36	0.35	0.37	0.37	0.36	2.50
	1	0.63	0.64	0.67	0.68	0.65	0.66	0.67	0.66	2.73
	18	0.84	0.88	0.84	0.82	0.85	0.84	0.86	0.85	2.22
	19	0.95	0.98	1.04	1.01	0.99	0.97	1.01	0.99	3.01
Ti	1	0.089	0.089	0.084	0.085	0.085	0.086	0.084	0.086	2.51
	20	0.47	0.47	0.46	0.47	0.45	0.46	0.46	0.46	1.64
	21	0.65	0.68	0.69	0.70	0.68	0.65	0.66	0.67	2.95
	22	0.97	0.99	0.99	0.98	0.97	0.97	0.98	0.98	0.92
Pb	23	0.079	0.080	0.082	0.079	0.081	0.080	0.081	0.080	1.39
	24	0.14	0.14	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	3.25
	25	0.22	0.23	0.23	0.23	0.22	0.22	0.23	0.23	2.32
	26	0.30	0.31	0.32	0.31	0.30	0.32	0.30	0.31	2.90
	27	0.40	0.40	0.39	0.39	0.40	0.39	0.40	0.40	1.34
Zn	23	0.12	0.12	0.12	0.13	0.13	0.13	0.13	0.13	4.11
	24	0.21	0.23	0.23	0.22	0.22	0.21	0.21	0.22	4.09
	25	0.30	0.34	0.34	0.32	0.32	0.31	0.31	0.32	4.77
	26	0.42	0.44	0.43	0.43	0.44	0.40	0.42	0.43	3.25
	27	0.53	0.54	0.56	0.54	0.53	0.52	0.50	0.53	3.52
Cu	23	0.056	0.057	0.058	0.057	0.056	0.057	0.057	0.060	1.15
	24	0.088	0.085	0.084	0.085	0.086	0.085	0.085	0.085	1.50

	25	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12	0.11	0.11	0.12	4.07
	26	0.16	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.16	0.15	3.25
	27	0.18	0.17	0.18	0.18	0.18	0.18	0.17	0.18	2.71
As	1	0.10	0.11	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	3.78
	9	0.058	0.057	0.064	0.062	0.063	0.060	0.059	0.060	4.39
	10	0.14	0.15	0.16	0.15	0.15	0.15	0.16	0.15	4.60

表 34 钨、钼、铋、铁、镁、锰、钛、铅、锌、铜、砷精密度实验(郴州二验)

元素	样品	测定结果							平均值 (%)	RSD(%)
W	1	0.35	0.36	0.34	0.35	0.33	0.37	0.36	0.35	3.83
	2	0.11	0.10	0.11	0.12	0.11	0.12	0.12	0.11	6.70
	3	0.91	0.90	0.91	0.89	0.88	0.92	0.91	0.90	1.53
	4	1.42	1.43	1.41	1.44	1.40	1.42	1.43	1.42	0.95
	5	2.04	1.98	2.04	2.01	2.08	2.05	1.98	2.03	1.84
Mo	1	0.042	0.041	0.040	0.041	0.039	0.040	0.039	0.040	2.76
	6	0.096	0.095	0.094	0.095	0.095	0.096	0.093	0.095	1.13
	7	0.15	0.14	0.13	0.14	0.15	0.14	0.14	0.14	4.88
	8	0.22	0.22	0.21	0.23	0.21	0.22	0.21	0.22	3.48
Bi	1	0.10	0.11	0.098	0.096	0.099	0.10	0.098	0.10	4.56
	9	0.23	0.24	0.25	0.23	0.24	0.25	0.22	0.24	4.69
	10	0.48	0.47	0.49	0.50	0.47	0.49	0.48	0.48	2.30
Fe	1	7.37	7.45	7.46	7.49	7.39	7.42	7.46	7.43	0.58
	11	2.27	2.29	2.31	2.28	2.32	2.27	2.26	2.29	0.97
	12	3.96	4.05	4.02	3.99	4.05	4.01	3.99	4.01	0.83
	13	4.91	4.96	5.04	5.01	4.99	4.97	4.96	4.98	0.83
	14	9.75	9.86	9.78	9.94	9.83	9.86	9.79	9.83	0.65
Mg	15	0.29	0.28	0.27	0.29	0.30	0.28	0.29	0.29	3.42
	13	0.38	0.38	0.37	0.39	0.39	0.38	0.37	0.38	2.15
	1	0.60	0.63	0.61	0.62	0.61	0.64	0.62	0.62	2.17
	16	0.81	0.82	0.81	0.82	0.82	0.81	0.81	0.81	0.66
	17	1.01	1.03	1.04	1.02	1.02	1.03	1.01	1.02	1.09
Mn	11	0.22	0.21	0.22	0.23	0.22	0.21	0.22	0.22	3.16
	8	0.37	0.37	0.36	0.36	0.37	0.37	0.36	0.37	1.46
	1	0.66	0.62	0.65	0.64	0.63	0.62	0.64	0.64	2.35
	18	0.82	0.84	0.86	0.85	0.84	0.85	0.86	0.85	1.65
	19	0.96	0.98	0.99	1.00	0.98	0.97	0.98	0.98	1.32
Ti	1	0.079	0.082	0.083	0.085	0.082	0.086	0.081	0.080	2.87
	20	0.42	0.45	0.43	0.44	0.42	0.45	0.44	0.44	2.92
	21	0.68	0.67	0.69	0.68	0.67	0.68	0.69	0.68	1.20
	22	0.96	0.94	0.96	0.95	0.97	0.96	0.97	0.96	1.12
Pb	23	0.076	0.079	0.081	0.076	0.078	0.081	0.077	0.080	2.73
	24	0.15	0.14	0.15	0.14	0.15	0.15	0.14	0.15	3.67

	25	0.22	0.21	0.23	0.22	0.23	0.22	0.21	0.22	3.71
	26	0.30	0.31	0.30	0.29	0.30	0.30	0.29	0.30	2.31
	27	0.39	0.38	0.39	0.39	0.38	0.39	0.39	0.39	1.26
Zn	23	0.12	0.13	0.11	0.12	0.12	0.13	0.12	0.12	5.68
	24	0.21	0.20	0.21	0.21	0.21	0.20	0.21	0.21	2.36
	25	0.31	0.31	0.30	0.29	0.31	0.30	0.31	0.30	2.59
	26	0.42	0.41	0.40	0.41	0.42	0.41	0.41	0.41	1.68
	27	0.53	0.52	0.52	0.51	0.53	0.52	0.51	0.52	1.57
Cu	23	0.057	0.061	0.058	0.056	0.060	0.062	0.057	0.059	3.90
	24	0.081	0.081	0.084	0.085	0.082	0.084	0.083	0.083	1.90
	25	0.11	0.12	0.11	0.12	0.12	0.11	0.11	0.11	4.68
	26	0.15	0.14	0.15	0.15	0.14	0.15	0.15	0.15	3.32
	27	0.18	0.18	0.19	0.17	0.18	0.19	0.17	0.18	4.54
As	1	0.089	0.092	0.093	0.094	0.093	0.090	0.091	0.092	1.96
	9	0.065	0.061	0.063	0.062	0.061	0.064	0.066	0.063	3.09
	10	0.15	0.16	0.15	0.17	0.16	0.16	0.15	0.16	4.81

由表 28-表 34 可知，7 家验证单位钨钼铋锡多金属矿中 W 元素相对标准偏差为 0.38%~6.70%，Mo 元素相对标准偏差为 0.72%~4.88%，Bi 元素相对标准偏差为 1.14%~6.40%，Fe 元素相对标准偏差为 0.23%~2.30%，Mg 元素相对标准偏差为 0.59%~3.99%，Mn 元素相对标准偏差为 0.39%~3.94%，Ti 元素相对标准偏差为 0.70%~4.99%，Pb 元素相对标准偏差为 0.83%~4.34%，Zn 元素相对标准偏差为 0.97%~5.68%，Cu 元素相对标准偏差为 0.88%~6.47%，As 元素相对标准偏差为 1.13%~7.72%。方法精密度良好，与起草单位结果一致。

8.2 铝和锡的精密度实验

选取不同梯度钨钼铋锡多金属矿样品，按照拟定的分析方法，进行精密度实验，结果见表 35。

表 35 锡、铝精密度实验

元素	样品	测定结果							平均值 (%)	RSD(%)
Sn	6	0.11	0.13	0.11	0.12	0.11	0.11	0.13	0.12	8.12
	31	0.23	0.23	0.24	0.23	0.24	0.24	0.22	0.23	3.25
	1	0.40	0.41	0.41	0.42	0.42	0.43	0.42	0.42	2.35
	32	0.47	0.48	0.49	0.48	0.47	0.50	0.47	0.48	2.41
Al	28	3.06	3.02	3.10	3.20	3.14	3.08	3.02	3.09	2.11
	29	4.40	4.45	4.55	4.51	4.48	4.56	4.58	4.50	1.44
	1	5.28	5.3	5.4	5.34	5.48	5.26	5.29	5.34	1.48
	30	7.17	7.11	6.82	6.83	7.02	6.85	6.78	6.94	2.27
	12	7.93	7.78	7.84	7.88	7.96	7.75	7.71	7.84	1.19

由表 35 可见，铝、锡的 RSD 介于 1.19%~8.12%之间，方法精密度良好。

经 7 家验证单位：洛阳栾川钼业集团股份有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限

公司、昆明冶金研究院有限公司、湖南柿竹园有色金属有限责任公司柳州钨制品分公司、大冶有色设计研究院有限公司、柳州市产商品质量监督检验所、国标（北京）检验认证有限公司，验证实验，结果见表 36-表 42。

表 36 锡、铝精密度实验（洛钼一验）

元素	样品	测定结果							平均值(%)	RSD(%)
Sn	6	0.10	0.11	0.11	0.10	0.11	0.11	0.11	0.11	4.55
	31	0.22	0.21	0.21	0.22	0.21	0.21	0.22	0.21	2.49
	1	0.40	0.42	0.42	0.39	0.44	0.41	0.43	0.42	4.13
	32	0.46	0.48	0.47	0.50	0.48	0.49	0.48	0.48	2.69
Al	28	3.02	2.98	3.07	2.99	2.89	3.04	2.92	2.99	2.15
	29	4.35	4.42	4.32	4.56	4.64	4.50	4.52	4.47	2.58
	1	5.34	5.32	5.29	5.31	5.36	5.40	5.33	5.34	0.68
	30	6.89	6.84	6.78	6.94	7.07	7.12	7.14	6.97	2.04
	12	7.76	7.85	7.92	8.01	7.74	7.67	7.78	7.82	1.49

表 37 锡、铝精密度实验（桂林有色一验）

元素	样品号	测定结果 (%)							平均值 (%)	RSD(%)
Sn	6	0.094	0.097	0.095	0.096	0.095	0.101	0.099	0.10	2.58
	31	0.23	0.23	0.23	0.23	0.23	0.23	0.25	0.23	3.25
	1	0.41	0.43	0.42	0.42	0.43	0.43	0.44	0.43	2.29
	32	0.50	0.49	0.49	0.49	0.49	0.51	0.50	0.50	1.59
Al	28	3.00	3.05	3.02	3.01	3.01	3.02	2.99	3.01	0.63
	29	4.26	4.22	4.31	4.27	4.26	4.31	4.17	4.26	1.16
	1	4.93	5.00	4.99	4.98	5.14	5.27	5.34	5.09	3.14
	30	6.58	6.67	6.81	6.92	6.80	6.71	6.81	6.76	1.66
	12	7.65	7.78	7.74	7.79	7.92	7.84	7.91	7.80	1.22

表 38 锡、铝精密度实验（昆冶一验）

元素	样品	测定结果							平均值 (%)	RSD(%)
Sn	6	0.0998	0.11	0.11	0.10	0.11	0.11	0.11	0.11	3.77
	31	0.22	0.22	0.23	0.22	0.23	0.23	0.22	0.22	1.10
	1	0.43	0.42	0.43	0.44	0.42	0.42	0.44	0.43	2.06
	32	0.51	0.50	0.51	0.52	0.51	0.47	0.49	0.50	3.55
Al	28	3.00	2.98	3.02	3.00	3.06	3.04	3.02	3.02	0.94
	29	4.34	4.34	4.34	4.39	4.26	4.39	4.38	4.38	1.14
	1	5.33	5.33	5.30	5.39	5.31	5.34	5.41	5.34	0.70
	30	7.06	7.04	6.92	7.01	7.10	7.02	7.01	7.02	0.76
	12	7.99	7.89	7.86	8.02	7.81	8.11	7.86	7.93	1.36

表 39 锡、铝精密度实验（柿竹园一验）

元素	样品	测定结果							平均值 (%)	RSD(%)
Sn	6	0.11	0.12	0.12	0.12	0.11	0.13	0.13	0.12	5.27
	31	0.23	0.22	0.24	0.23	0.22	0.24	0.22	0.23	3.05
	1	0.40	0.41	0.41	0.42	0.41	0.43	0.40	0.41	2.01
	32	0.47	0.49	0.49	0.48	0.47	0.50	0.50	0.49	2.03
Al	28	3.11	3.10	3.10	3.20	3.14	3.08	3.05	3.11	1.19
	29	4.40	4.58	4.55	4.51	4.48	4.60	4.58	4.53	1.21
	1	5.28	5.32	5.26	5.34	5.50	5.26	5.25	5.32	1.00
	30	7.20	6.75	6.92	6.93	7.02	7.11	7.10	7.00	1.28
	12	7.80	7.92	7.82	7.60	7.99	7.85	7.73	7.82	1.26

表 40 锡、铝精密度实验（国标（北京）二验）

元素	样品	测定结果							平均值 (%)	RSD(%)
Sn	6	0.11	0.11	0.12	0.11	0.11	0.12	0.10	0.11	6.5
	31	0.24	0.24	0.25	0.24	0.25	0.25	0.23	0.24	3.9
	1	0.41	0.38	0.40	0.38	0.41	0.41	0.40	0.40	3.1
	32	0.43	0.43	0.43	0.45	0.46	0.44	0.43	0.44	3.3
Al	28	3.07	3.06	3.05	3.12	3.14	3.10	3.15	3.10	1.3
	29	4.36	4.56	4.47	4.55	4.44	4.26	4.55	4.46	2.5
	1	5.08	5.12	5.15	5.13	5.12	5.33	5.46	5.20	2.8
	30	7.02	7.05	7.13	7.24	7.36	7.04	7.14	7.14	1.7
	12	7.72	7.94	7.53	7.81	7.94	7.77	7.87	7.80	1.8

表 41 锡、铝精密度实验（大冶二验）

元素	样品	测定结果							平均值 (%)	RSD(%)
Sn	6	0.11	0.11	0.11	0.097	0.10	0.10	0.10	0.10	5.84
	31	0.23	0.23	0.23	0.21	0.22	0.21	0.22	0.22	4.09
	1	0.44	0.44	0.43	0.43	0.44	0.44	0.44	0.44	1.11
	32	0.46	0.46	0.47	0.47	0.47	0.47	0.46	0.47	1.14
Al	28	3.10	3.02	3.16	3.10	3.08	3.06	3.11	3.09	1.41
	29	4.44	4.36	4.37	4.42	4.38	4.41	4.38	4.39	0.67
	1	5.25	5.28	5.30	5.32	5.36	5.28	5.29	5.30	0.66
	30	6.76	6.97	6.86	6.80	6.82	6.79	6.90	6.84	1.06
	12	7.82	7.90	7.76	7.84	7.86	7.80	7.90	7.84	0.66

表 42 锡、铝精密度实验（郴州二验）

元素	样品	测定结果							平均值 (%)	RSD(%)
Sn	6	0.11	0.13	0.12	0.11	0.13	0.13	0.11	0.12	8.33
	31	0.23	0.24	0.22	0.22	0.24	0.23	0.22	0.23	3.94

	1	0.40	0.42	0.41	0.43	0.42	0.42	0.41	0.42	2.35
	32	0.50	0.47	0.48	0.46	0.49	0.47	0.48	0.48	2.81
Al	28	3.01	3.06	3.11	3.15	3.07	3.02	3.12	3.08	1.70
	29	4.44	4.49	4.52	4.54	4.49	4.56	4.51	4.51	0.87
	1	5.29	5.38	5.37	5.46	5.41	5.41	5.38	5.39	0.96
	30	6.85	6.92	7.07	7.11	6.98	6.99	6.85	6.97	1.45
	12	7.96	7.86	7.84	7.92	7.93	7.79	7.90	7.89	0.75

由表 36-表 42 可知，7 家验证单位钨钼铋锡多金属矿中 Sn 元素相对标准偏差为 1.10%~8.33%，Al 元素相对标准偏差为 0.63%~3.14%。方法精密度良好，与起草单位结果一致。

(八) 回收率实验

9.1 钨、钼、铋、铁、镁、锰、钛、铅、锌、铜、砷的回收率实验

表 43 试样加标回收率实验

样品	元素	元素含量/%	元素含量/ μg	加入量/ μg	测得量/ μg	回收率/%
1	W	0.35	700	300	986.8	95.6
				700	1411.2	101.6
				1000	1705	100.5
	Mo	0.037	74	40	112.5	96.3
				80	149	93.75
				120	191.1	97.6
	Bi	0.10	200	100	298.5	98.5
				200	405	102.5
				300	498.2	99.4
	Fe	7.45	14900	7000	22061	102.3
				15000	30521	104.1
				22000	37670	103.5
	Mg	0.63	1260	600	1863.6	100.6
				1500	2850.8	106.1
				2000	3196	96.8
	Mn	0.67	1340	600	1931.6	98.6
				1500	2975.8	109.05
				2000	3330	99.5
	Ti	0.085	170	100	266.7	96.7
				150	318.8	99.2
				250	426.3	102.5
As	0.10	200	100	301.6	101.6	
			200	392	96.0	
			300	495.5	98.5	
3	W	0.91	182	50	231.4	98.8
				100	285.5	103.5

				150	336.2	102.8
25	Cu	0.11	220	100	319.4	99.4
				200	404.6	92.3
				300	521.8	100.6
	Pb	0.22	440	200	635.6	97.8
				400	882.0	110.5
				600	1035.2	99.2
	Zn	0.3	600	300	907.2	102.4
				600	1191.6	98.6
				900	1475.7	97.3

由表 43 数据可知，各元素加标介于 92.3%~110.5%，回收率较高。

经 4 家一验证单位：洛阳栾川钼业集团股份有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司（待补充）、昆明冶金研究院有限公司、湖南柿竹园有色金属有限责任公司郴州钨制品分公司（待补充），验证实验，结果见表 44-表 50。

表 44 试样加标回收率实验（洛钼一验）

样品	元素	元素含量 /%	元素含量 /μg	加入量/μg	测得量/μg	回收率/%
1	W	0.35	700	300	990.34	99.03
				700	1413.22	100.94
				1000	1706.51	100.38
	Mo	0.036	72	40	114.12	103.75
				80	149.82	98.57
				120	190.12	99.02
	Bi	0.11	220	100	317.45	99.20
				200	425.16	101.23
				300	513.21	98.69
	Fe	7.42	14400	7000	22063	103.10
				15000	30421	103.47
				22000	36370	99.92
	Mg	0.64	1280	600	1873.6	99.65
				1500	2870.9	99.68
				2000	3296	100.49
	Mn	0.65	1300	600	1930.6	101.61
				1500	2775.8	99.14
				2000	3320	100.61
	Ti	0.084	168	100	267.7	99.89
				150	318.6	100.19
				250	420.2	100.52
	As	0.099	198	100	291.1	97.68
				200	398.5	100.13
				300	496.3	99.66

3	W	0.90	180	50	230.4	100.17
				100	279.5	99.82
				150	334.2	101.27
25	Cu	0.11	220	100	319.6	99.88
				200	414.6	98.71
				300	521.6	100.31
	Pb	0.21	420	200	625.6	100.90
				400	822.0	100.24
				600	1025.2	100.51
	Zn	0.29	580	300	887.2	100.82
				600	1191.6	100.98
				900	1460.7	98.70

表 45 试样加标回收率实验（桂林有色一验）

表 46 试样加标回收率实验（昆冶一验）

样品	元素	元素含量/%	元素含量/ μg	加入量/ μg	测得量/ μg	回收率/%
1	W	0.34	510	300	801	97.00
				700	1210	100.00
				1000	1599	108.90
	Mo	0.042	63	40	99	90.00
				80	148	106.25
				120	191	106.67
	Bi	0.11	165	100	266	101.00
				200	359	97.00
				300	458	97.67
	Fe	7.41	11115	7000	18023	98.69
				15000	26687	103.81
				22000	34001	104.03
	Mg	0.64	960	600	1532	95.33
				1500	2531	104.73
				2000	2922	98.10
	Mn	0.69	1035	600	1605	95.00
				1500	2555	101.33
				2000	3039	100.20
	Ti	0.087	130.5	100	220.7	90.20
				150	279.2	99.13
				250	380.9	100.16
	As	0.097	145.5	100	243.1	97.60
				200	331.7	93.10
				300	453.2	102.57
3	W	0.89	1335	600	1901	94.33
				1500	2867	102.13

				2000	3409	103.70
25	Cu	0.11	165	100	260	95.00
				200	359	97.00
				300	451	95.33
	Pb	0.24	360	200	571	105.50
				400	753	98.25
				600	944	97.33
	Zn	0.34	510	300	829	106.33
				600	1077	94.50
				900	1399	98.78

表 47 试样加标回收率实验（柿竹园一验）

由表 44-表 47 可知,7 家验证单位钨钼铋锡多金属矿中各元素加标介于 90.20%~106.67%,回收率较高。

9.1 铝、锡回收率实验

选取试样,加入一定量的标准溶液,按照本标准所规定处理样品,进行加标回收实验,分析结果见表 48。

表 48 加标回收试验分析结果

元素	样品	元素含量/%	元素含量/ μg	加入量/ μg	测得量/ μg	回收率/%
Al	28	3.09	6180	3000	9135	98.5
				6000	12630	107.5
				9000	15126	99.4
	1	5.34	10680	5000	15470	95.8
				10000	20420	97.4
				15000	25710	100.2
	12	7.84	15680	7000	22645	99.5
				15000	31070	102.6
				22000	37108	97.4
Sn	6	0.12	240	100	337.8	97.8
				200	457	108.5
				300	543.6	101.2
	31	0.23	460	200	653.4	96.7
				400	852	98
				600	1075.6	102.6
	32	0.48	960	500	1453	98.6
				900	1816.8	95.2
				1500	2512.5	103.5

由表 48 可见,铝加标回收率介于 95.8%~107.5%之间,锡的加标回收率介于 95.2%~108.5%,表明该方法的回收效果较好。

第一验证单位:洛阳栾川钼业集团股份有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、昆明冶金研究院有限公司、湖南柿竹园有色金属有限责任公司郴州钨制品分公司验证实

验，结果见表 49-表 52。

表 49 加标回收试验分析结果（洛钼一验）

元素	样品	元素含量/%	元素含量/ μg	加入量/ μg	测得量/ μg	回收率/%
Al	28	2.99	5980	3000	9000	100.22
				6000	11920	99.50
				9000	14960	99.87
	1	5.34	10680	5000	16010	102.10
				10000	20400	98.65
				15000	25250	98.33
	12	7.82	15640	7000	22585	99.75
				15000	31080	101.44
				22000	37600	99.89
Sn	6	0.11	220	100	322	100.63
				200	412	98.10
				300	518	99.62
	31	0.23	460	200	656	99.39
				400	858	99.77
				600	1067	100.67
	32	0.48	960	500	1470	100.68
				900	1836	98.71
				1500	2458	99.92

表 50 加标回收试验分析结果（桂林有色一验）

表 51 加标回收试验分析结果（昆冶一验）

元素	样品	元素含量/%	元素含量/ μg	加入量/ μg	测得量/ μg	回收率/%
Al	28	3.02	4530	3000	7591	102.03
				6000	10657	102.12
				9000	14080	106.11
	1	5.27	7905	5000	12884	99.58
				10000	18048	101.43
				15000	22711	98.71
	12	7.87	11805	7000	18932	101.81
				15000	26651	98.97
				22000	33527	98.74
Sn	6	0.1	150	100	244	94.00
				200	357	103.50
				300	441	97.00
	31	0.21	315	200	511	98.00
				400	719	101.00
				600	900	97.50
	32	0.45	675	500	1166	98.20

				900	1552	97.44
				1500	2188	100.87

表 52 加标回收试验分析结果（柿竹园一验）

由表 49-表 52 可知，4 家验证单位钨钼铋锡多金属矿中铝加标介于 98.33%~106.11%，锡元素加标介于 94.00%~103.50%，回收率较高。

（九）重复性及再现性

钨钼铋锡多金属矿中钨、钼、铋、铁、镁、锰、钛、铅、锌、铜、砷、锡和铝的原始数据及原始数据统计检验过程见《实验数据及处理》第一部分至第三部分。剔除离群值后，重复性、再现性计算结果见表 53。

表 53 重复性和再现性

$w_w/\%$	0.11	0.35	0.90	1.41	2.02
$r/\%$	0.02	0.03	0.04	0.04	0.10
$w_{Mo}/\%$	0.038	0.093	0.14	0.21	-
$r/\%$	0.003	0.003	0.018	0.018	-
$w_{Bi}/\%$	0.10	0.24	0.49	-	-
$r/\%$	0.01	0.02	0.03	-	-
$w_{Sn}/\%$	0.11	0.23	0.42	0.48	-
$r/\%$	0.02	0.02	0.03	0.03	-
$w_{Al}/\%$	3.06	4.42	5.34	6.96	7.84
$r/\%$	0.13	0.15	0.17	0.34	0.29
$w_{Fe}/\%$	2.28	3.99	4.98	7.44	9.80
$r/\%$	0.11	0.14	0.18	0.17	0.21
$w_{Mg}/\%$	0.28	0.38	0.63	0.82	1.03
$r/\%$	0.03	0.03	0.04	0.02	0.04
$w_{Mn}/\%$	0.21	0.36	0.66	0.86	1.01
$r/\%$	0.02	0.02	0.04	0.04	0.04
$w_{Ti}/\%$	0.085	0.45	0.67	0.98	-
$r/\%$	0.005	0.03	0.03	0.04	-
$w_{Pb}/\%$	0.078	0.15	0.22	0.30	0.39

$r/\%$	0.005	0.01	0.02	0.02	0.02
$w_{Zn}/\%$	0.12	0.21	0.31	0.40	0.51
$r/\%$	0.01	0.02	0.02	0.02	0.02
$w_{Cu}/\%$	0.055	0.085	0.11	0.15	0.18
$r/\%$	0.002	0.004	0.01	0.01	0.02
$w_{Ni}/\%$	0.097	0.062	0.16	-	-
$r/\%$	0.004	0.005	0.02	-	-
$w_{Ni}/\%$	0.11	0.35	0.90	1.41	2.02
$R/\%$	0.02	0.03	0.04	0.08	0.10
$w_{Mn}/\%$	0.038	0.093	0.14	0.21	-
$R/\%$	0.010	0.010	0.046	0.029	-
$w_{Bi}/\%$	0.10	0.24	0.49	-	-
$R/\%$	0.02	0.05	0.04	-	-
$w_{Sn}/\%$	0.11	0.23	0.42	0.48	-
$R/\%$	0.03	0.03	0.04	0.06	-
$w_{Al}/\%$	3.06	4.42	5.34	6.96	7.84
$R/\%$	0.18	0.34	0.18	0.45	0.30
$w_{Fe}/\%$	2.28	3.99	4.98	7.44	9.80
$R/\%$	0.11	0.14	0.18	0.17	0.27
$w_{Mg}/\%$	0.28	0.38	0.63	0.82	1.03
$R/\%$	0.04	0.04	0.06	0.04	0.05
$w_{Mn}/\%$	0.21	0.36	0.66	0.86	1.01
$R/\%$	0.02	0.04	0.06	0.07	0.06
$w_{V}/\%$	0.085	0.45	0.67	0.98	-
$R/\%$	0.009	0.05	0.07	0.04	-
$w_{Fe}/\%$	0.078	0.15	0.22	0.30	0.39
$R/\%$	0.006	0.02	0.03	0.02	0.03
$w_{Zn}/\%$	0.12	0.21	0.31	0.40	0.51
$R/\%$	0.02	0.03	0.04	0.06	0.03

$w_{Cu}/\%$	0.055	0.085	0.11	0.15	0.18
$R/\%$	0.005	0.005	0.02	0.02	0.03
$w_{W}/\%$	0.097	0.062	0.16	-	-
$R/\%$	0.009	0.005	0.02	-	-

四、标准中涉及到的专利情况

本标准不涉及专利问题。

五、预期达到的社会效益

本标准制定过程中，由起草单位对国际、国内标准进行了查阅和调研，制定的方法更能紧密联系实际检测工作，分析方法，提高了标准适用性，有效拓宽了检测方法的测定范围，具有检测方法经典、测定结果精密度好、结果准确的优点，可进一步填补钨钼铋锡多金属矿化学分析方法的标准体系，更好的服务于生产企业及市场贸易，为钨钼铋锡多金属矿产品市场更好的提供了技术支撑作用。

六、采用国际标准和国外先进标准的情况

无

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

本文件与现行法律、法规、规章相协调、无冲突。标准涉及内容全面、条款详细。标准的格式和表达等方面完全执行现行的国家标准和相关法规，符合 GB/T1.1 的有关要求。

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

本标准为方法标准，不是通用性的安全规范或标准，仅是在涉及到的内容上引用相关的安全规范或标准作为本标准的规定，不属安全性标准。根据标准化法和有关规定，建议本标准的性质为团体标准。

十、贯彻标准的要求和措施建议

建议相关生产和应用单位积极组织本标准的培训和宣贯，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

无。

十二、其他应予说明的事项

无。

北矿检测技术股份有限公司

2024年11月

附件1：精密度试验数据处理

附件2：标准征求意见稿意见汇总处理表

附件 1 精密度试验数据处理

为了确定《钨钼铋锡多金属矿化学分析方法 第 8 部分 多元素的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》中钨、钼、铋、铁、镁、锰、钛、铅、锌、铜、砷、锡和铝含量测定方法的重复性与再现性, 8 个实验室对不同水平的钨钼铋锡多金属矿每个样品各进行 7 次独立测定。根据国家标准 GB/T 6379.2-2004 确定标准测量方法的重复性和再现性的基本方法 (ISO 5725-2: 1994, IDT) 的规定, 对收到的全部数据进行了统计分析。

1、实验室编号

表 1 参起草、验证实验室名称及编号

编号	实验室名称
1	北矿检测技术有限公司 (起草)
2	洛阳栾川钼业集团股份有限公司 (一验)
3	中国有色桂林矿产地质研究院有限公司 (一验)
4	昆明冶金研究院有限公司 (一验)
5	湖南柿竹园有色金属有限责任公司郴州钨制品分公司 (一验)
6	国标 (北京) 检验认证有限公司 (二验)
7	大冶有色设计研究院有限公司 (二验)
8	郴州市产品质量监督检验所 (二验)

2、各实验室数据统计结果

2.1 钨统计结果

2.1.1 各实验室钨原始数据统计

表 2.1.1-1 各实验室钨原始数据

实验室	1	2	3	4	5
1 北矿检测技术股份有限公司	0.36	0.11	0.89	1.40	2.04*
	0.34	0.12	0.91	1.43	1.98*
	0.34	0.12	0.92	1.40	2.04*
	0.36	0.11	0.93	1.41	2.01*
	0.34	0.11	0.92	1.45	2.11*
	0.35	0.12	0.88	1.42	2.05*
	0.36	0.12	0.89	1.40	1.98*
2 洛阳栾川钼业有限公司	0.34	0.11	0.89	1.43	1.98
	0.35	0.10	0.90	1.44	1.99
	0.35	0.11	0.92	1.42	2.02
	0.36	0.11	0.90	1.44	2.03
	0.35	0.11	0.89	1.46	2.00
	0.36	0.11	0.91	1.44	2.06

	0.35	0.11	0.90	1.45	2.04
3 中国有色桂林矿产地质研究院有限公司	0.35	0.10	0.90	1.39	1.75**
	0.35	0.11	0.92	1.39	1.63**
	0.35	0.10	0.88	1.39	1.76**
	0.34	0.11	0.89	1.38	1.64**
	0.34	0.11	0.91	1.40	1.73**
	0.35	0.11	0.89	1.43	1.79**
	0.35	0.11	0.88	1.36	1.67**
4 昆明冶金研究院有限公司	0.35*	0.12	0.89	1.39	1.97
	0.33*	0.12	0.90	1.38	1.99
	0.33*	0.12	0.89	1.40	1.98
	0.34*	0.11	0.88	1.38	2.00
	0.36*	0.11	0.88	1.39	1.99
	0.34*	0.12	0.89	1.39	1.98
	0.35*	0.11	0.90	1.41	1.99
5 湖南柿竹园有色金属有限责任公司郴州钨制品分公司	0.36*	0.11	0.90	1.41	2.02
	0.37*	0.12	0.91	1.43	1.99
	0.38*	0.12	0.91	1.39	2.10
	0.35*	0.13	0.89	1.41	2.03
	0.34*	0.11	0.90	1.43	2.08
	0.33*	0.11	0.88	1.42	2.05
	0.36*	0.12	0.89	1.38	1.98
6 国标北京	0.35	0.10	0.85**	1.37	2.04
	0.34	0.11	0.88**	1.37	2.05
	0.35	0.11	0.87**	1.37	2.00
	0.35	0.11	0.89**	1.37	1.98
	0.34	0.10	0.87**	1.34	2.06
	0.34	0.12	0.87**	1.38	1.99
	0.35	0.11	0.87**	1.37	2.00
7 大冶有色设计研究院有限公司	0.30**	0.12	0.85**	1.34**	1.95**
	0.32**	0.11	0.88**	1.32**	1.94**
	0.34**	0.11	0.84**	1.30**	1.91**
	0.33**	0.12	0.86**	1.34**	1.96**
	0.31**	0.12	0.85**	1.32**	1.93**
	0.32**	0.11	0.88**	1.32**	1.97**
	0.34**	0.11	0.84**	1.35**	1.98**

8 郴州市 产商品质 量监督检 验所	0.35	0.11	0.91	1.42	2.04
	0.36	0.10	0.90	1.43	1.98
	0.34	0.11	0.91	1.41	2.04
	0.35	0.12	0.89	1.44	2.01
	0.33	0.11	0.88	1.40	2.08
	0.37	0.12	0.92	1.42	2.05
	0.36	0.12	0.91	1.43	1.98

2.1.2 钨元素的异常值判定

对实验室数据内采用格拉布斯检验，查表。当 $n=7$ ， $\alpha=0.05$ 时临界值为 2.020， $\alpha=0.01$ 时临界值为 2.139、当 $n=5$ ， $\alpha=0.05$ 时临界值为 1.715， $\alpha=0.01$ 时临界值为 1.764，保留歧离值（表 2.1.1-1 中用“*”标出），舍弃离群值（表 2.1.1-1 中用“***”标出）。以下检验离群值均在表 2.1.1-1 中用“***”标出，歧离值均在表 2.1.1-1 中用“*”标出，保留歧离值，舍弃离群值。

2.1.2.1 钨元素曼德尔 h-k 检验

对各实验室提供的钨数据进行曼德尔 h-k 检验，检验结果分别见表 2.1.2-1、表 2.1.2-2。

表 2.1.2-1 钨曼德尔 h 统计量的值

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1	0.4061	0.8295	0.9077	0.5697	0.5371
2	0.5473	-1.0139	0.6573	1.2554	0.4195
3	0.1236	-1.3825	0.3234	-0.1160	-2.3883
4	-0.3001	0.8295	-0.0104	-0.1160	0.1322
5	0.9711	1.1982	0.4069	0.4084	0.5893
6	-0.0177	-1.0139	-1.0954	-0.8016	0.4195
7	-2.2776**	0.4608	-1.9301	-1.9310**	-0.2073
8	0.5473	0.0922	0.7407	0.7311	0.4979
h 临界值：p=8,n=7，显著性水平为 1%时 h=2.06，显著性水平 5%时 h=1.75；					
实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1	0.1910	0.8295	0.9077	0.5697	0.6917
2	0.5252	-1.0139	0.6573	1.2554	0.2767
3	-0.4775	-1.3825	0.3234	-0.1160	
4	-1.4801	0.8295	-0.0104	-0.1160	-0.7378
5	-1.4801	0.8295	-0.0104	-0.1160	-0.7378
6	-0.8117	-1.0139	-1.0954	-0.8016	0.2767
7		0.4608	-1.9301	-1.9310	-1.9366
8	0.5252	0.0922	0.7407	0.7311	0.5533
h 临界值：p=8,n=7，显著性水平为 1%时 h=2.06，显著性水平 5%时 h=1.75； p=7,n=7，显著性水平为 1%时 h=1.58，显著性水平 5%时 h=1.41；					
实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1	0.1910	0.8295	0.9347	0.4350	0.6472
2	0.5252	-1.0139	0.5643	1.4499	-0.0809
3	-0.4775	-1.3825	0.0705	-0.5799	

4	-1.4801	0.8295	-0.4233	-0.5799	-1.8607
5	1.5279	1.1982	0.1940	0.1962	0.9708
6	-0.8117	-1.0139	-2.0281	-1.5949	-0.0809
7		0.4608			
8	0.5252	0.0922	0.6878	0.6738	0.4045
h 临界值: $p=8, n=7$, 显著性水平为 1%时 $h=2.06$, 显著性水平 5%时 $h=1.75$; $p=7, n=7$, 显著性水平为 1%时 $h=1.58$, 显著性水平 5%时 $h=1.41$;					
实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1	0.1910	0.8295	1.2172	0.4350	0.6472
2	0.5252	-1.0139	0.4617	1.4499	-0.0809
3	-0.4775	-1.3825	-0.5457	-0.5799	
4	-1.4801	0.8295	-1.5530	-0.5799	-1.8607
5	1.5279	1.1982	-0.2938	0.1962	0.9708
6	-0.8117	-1.0139		-1.5949	-0.0809
7		0.4608			
8	0.5252	0.0922	0.7136	0.6738	0.4045
h 临界值: $p=8, n=7$, 显著性水平为 1%时 $h=2.06$, 显著性水平 5%时 $h=1.75$; $p=7, n=7$, 显著性水平为 1%时 $h=1.58$, 显著性水平 5%时 $h=1.41$; $p=6, n=7$, 显著性水平为 1%时 $h=1.87$, 显著性水平 5%时 $h=1.66$;					

经 1 次 h 检验后, 1#样品有一离群值, 大冶有色设计研究院有限公司予以舍弃; 5#样品有一离群值, 中国有色桂林矿产地质研究院有限公司予以舍弃, 3#、4#样品有一歧离值, 大冶有色设计研究院有限公司予以保留。经 2 次 h 检验后, 1#样品有两个歧离值, 昆明冶金研究院有限公、湖南柿竹园有色金属有限责任公司郴州钨制品分公司予以保留, 3#、4#、5#样品各有一离群值, 大冶有色设计研究院有限公司予以剔除。经 3 次 h 检验后, 3#样品有一离群值, 国标北京予以舍弃。1#样品有一歧离值, 湖南柿竹园有色金属有限责任公司郴州钨制品分公司予以保留。4#样品有一离群值, 湖南柿竹园有色金属有限责任公司郴州钨制品分公司予以保留经 4 次 h 检验之后 4#样品有一歧离值, 湖南柿竹园有色金属有限责任公司郴州钨制品分公司予以保留。1#样品有一歧离值, 予以保留。

表 2.1.2-2 钨曼德尔 k 统计量的值

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1	0.9278	0.9896	1.3962	1.2098	1.2326
2	0.6402	0.6997	0.7846	0.8210	0.7782
3	0.3929	0.8492	1.0516	1.3259	1.6969
4	1.0756	1.0508	0.6532	0.7425	0.2050
5	1.2491	1.1108	0.6341	0.9415	0.9073
6	0.6170	0.7942	0.9578	0.8712	0.8215
7	1.3894	0.9897	1.2497	1.0826	0.6556
8	1.2437	1.3644	1.0106	0.8578	1.0127

k临界值: p=8、重复测定次数 n=7 时, 显著性水平为 1%时, k 临界值为 1.59; 显著性水平为 5%, k 临界值为 1.41; 实验室数 p=7、重复测定次数 n=7 时, 显著性水平为 1%时, k 临界值为 1.58; 显著性水平为 5%, k 临界值为 1.41。

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1	0.9278	0.9896	1.3962	1.2098	1.5407*
2	0.6402	0.6997	0.7846	0.8210	0.9727
3	0.3929	0.8492	1.0516	1.3259	
4	1.0756	1.0508	0.6532	0.7425	0.2563
5	1.2491	1.1108	0.6341	0.9415	1.1340
6	0.6170	0.7942	0.9578	0.8712	1.0269
7	1.3894	0.9897	1.2497	1.0826	0.8195
8	1.2437	1.3644	1.0106	0.8578	1.2659

经 1 次 k 检验之后 5#样品有一离群值, 中国有色桂林矿产地质研究院有限公司予以剔除; 经 2 次 k 检验之后, 5#样品有一歧离值, 北矿检测技术股份有限公司予以保留。

2.1.2.3 钨元素的柯克伦检验

各实验室提供的精密度数据重复次数为 7 次, 根据 GB/T 6379.2-2004 规定 n 可取为多数单元中的检测结果数, 同时 GB/T 6379.2-2004 只提供到 n=6 时的 C 临界值, 因此 C 临界值采用 n=6, p=8, 1%临界值 0.423; 5%临界值 0.360; p=7 时, 1%临界值 0.466; 5%临界值 0.397; p=6 时, 1%临界值 0.520; 5%临界值 0.445。h-k 检验剔除数据后, 柯克伦检验结果见 2.1.2-3, 舍弃离群值, 保留歧离值。重复进行柯克伦检验, 直至无离群值。

表 2.1.2-3 铜柯克伦检验结果 (各实验室标准差)

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1 北矿检测技术有限公司	0.010	0.005	0.019	0.019	0.045
2 洛阳栾川钼业有限公司	0.007	0.004	0.011	0.013	0.029
3 中国有色桂林矿产地质研究院有限公司	0.004	0.005	0.014	0.021	
4 昆明冶金研究院有限公司	0.012	0.006	0.009	0.012	0.008
5 湖南柿竹园有色金属有限责任公司郴州钨制品分公司	0.013	0.006	0.009	0.015	0.033
6 国标北京	0.007	0.004		0.014	0.030
7 大冶有色设计研究院有限公司		0.005			
8 郴州市产商品质量监督检验所	0.00021	0.00355	0.02943	0.03949	0.05694
S _{max}	0.01346	0.00737	0.01902	0.02085	0.04546
C	0.257	0.233	0.353	0.257	0.324

结果表明, 柯克伦检验无异常值。

2.1.2.4 钨元素的实验室间格拉布斯检验

将格拉布斯检验应用于单元平均值, 表 2.1.2-4a、表 2.1.2-4b 为钨的相应检验结果。一个离群观测值检验结果及两个离群观测值检验结果均表明各实验室铜单元均值无离群值。

表 2.1.2-4a 钨格拉布斯检验 (一个离群观测值情形)

实验室	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1 北矿检测技术有限公司	0.350	0.116	0.906	1.416	2.030
2 洛阳栾川钼业有限公司	0.3514	0.1086	0.9014	1.440	2.0171

3 中国有色桂林矿产地质研究院有限公司	0.3471	0.1071	0.8957	1.391	
4 昆明冶金研究院有限公司	0.3429	0.1157	0.8900	1.391	1.9857
5 湖南柿竹园有色金属有限责任公司郴州钨制品分公司	0.356	0.117	0.897	1.410	2.036
6 国标北京	0.346	0.109		1.367	2.017
7 大冶有色设计研究院有限公司		0.114			
Max/%	0.3557	0.117	0.906	1.440	2.036
Min/%	0.343	0.107	0.890	1.367	1.986
Gmax	1.528	1.198	1.217	1.450	0.971
Gmin	1.480	1.383	1.553	1.595	1.861

实验室数当 $p=8$, $\alpha=0.05$ 时临界值为 2.126, $\alpha=0.01$ 时临界值为 2.274, 当 $p=7$, $\alpha=0.05$ 时临界值为 2.020, $\alpha=0.01$ 时临界值为 2.139, 当 $p=6$, $\alpha=0.05$ 时临界值为 1.887, $\alpha=0.01$ 时临界值为 1.973, 无异常值。一个离群观测值的格拉布斯检验, 大于表中 1% 临界值的为离群值, 大于表中 5% 临界值的为歧离值。

表 2.1.2-4b 铜格拉布斯检验 (两个离群观测值情形)

统计量	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4
最小平均值	0.3474	0.1112	0.8961	1.3951
最大平均值	0.3511	0.1140	0.9018	1.4157
$S_{n-1,n}$ 平方	0.000047	0.000063	0.000067	0.001456
$S_{1,2}$ 平方	0.0000384	0.0000466	0.0000383	0.0012449
max	0.4245	0.5987	0.4154	0.4237
Min	0.3500	0.4434	0.2378	0.3624

实验室数当 $p=8$, $\alpha=0.05$ 时临界值为 0.1101, $\alpha=0.01$ 时临界值为 0.0563; 当 $p=7$, $\alpha=0.05$ 时临界值为 0.0708, $\alpha=0.01$ 时临界值为 0.0308; 当 $p=6$, $\alpha=0.05$ 时临界值为 0.0349, $\alpha=0.01$ 时临界值为 0.0116, 无异常值。两个离群观测值的格拉布斯检验, 小于表中 1% 临界值的为离群值, 小于表中 5% 临界值的为歧离值。

2.1.2.5 钨元素的精密度计算

剔除离群值后, 钨的重复性、再现性计算结果见表 2.1.2-5。

表 2.1.2-5 钨的重复性和再现性

统计量	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
T1	6.30	17.11	37.75	68.86	84.78
T2	0.709	5.975	33.931	96.793	171.145
T3	56	49	42	49	42
T4	392	343	245	294	245
T5	1.71E-03	4.80E-03	6.51E-03	1.01E-02	4.42E-02
S_r^2	3.57E-05	1.14E-04	1.81E-04	2.40E-04	1.23E-03
SL^2	9.91E-06	1.94E-06	6.12E-06	5.26E-04	1.32E-04
SR^2	4.56E-05	1.16E-04	1.87E-04	7.66E-04	1.36E-03
S_r	5.98E-03	1.07E-02	1.35E-02	1.55E-02	3.50E-02
SR	0.0068	0.0108	0.0137	0.0277	0.0369
总平均值	0.11	0.35	0.90	1.41	2.02

r	0.02	0.03	0.04	0.04	0.10
R	0.02	0.03	0.04	0.08	0.10

2.2 钼统计结果

2.2.1 各实验室钼原始数据统计

表 2.2.1-1 各实验室钼原始数据

实验室	1	6	7	4
1 北矿检测 技术股份有 限公司	0.035	0.094**	0.14	0.21
	0.036	0.089**	0.13	0.21
	0.038	0.092**	0.13	0.21
	0.036	0.095**	0.14	0.22
	0.038	0.089**	0.15	0.22
	0.037	0.09**	0.14	0.21
	0.036	0.094**	0.13	0.22
2 洛阳栾川 钼业有限公 司	0.037	0.089	0.14	0.20
	0.036	0.090	0.14	0.21
	0.035	0.089	0.13	0.20
	0.034	0.092	0.14	0.21
	0.036	0.091	0.14	0.21
	0.037	0.089	0.13	0.20
	0.035	0.092	0.14	0.22
3 中国有色 桂林矿产 地质研究 院有限公 司	0.045	0.098	0.15	0.22
	0.046	0.097	0.15	0.23
	0.044	0.099	0.15	0.22
	0.045	0.099	0.16	0.23
	0.046	0.098	0.15	0.23
	0.045	0.099	0.15	0.22
	0.044	0.097	0.15	0.22
4 昆明冶金 研究院有 限公司	0.041	0.094	0.18	0.22
	0.041	0.095	0.17	0.21*
	0.039	0.093	0.16	0.21*
	0.038	0.093	0.16	0.23*
	0.040	0.092	0.17	0.22*
	0.040	0.094	0.15	0.21*
	0.039	0.095	0.16	0.23*
5 湖南柿竹 园有色金 属有限责 任公	0.035	0.096**	0.12	0.20
	0.038	0.09**	0.13	0.21
	0.036	0.093**	0.14	0.20

司郴州钨制品分公司	0.036	0.082**	0.12	0.22
	0.037	0.089**	0.14	0.22
	0.036	0.09**	0.13	0.21
	0.038	0.094**	0.13	0.20
6 国标北京	0.036	0.092	0.11	0.20
	0.035	0.092	0.11	0.20
	0.035	0.091	0.12	0.19
	0.035	0.092	0.11	0.21
	0.036	0.091	0.11	0.19
	0.035	0.092	0.12	0.19
	0.03	0.091	0.12	0.20
7 大冶有色设计研究院有限公司	0.044**	0.088	0.14	0.21
	0.04**	0.090	0.14	0.21
	0.043**	0.091	0.14	0.22
	0.04**	0.089	0.14	0.21
	0.039**	0.090	0.133**	0.22
	0.041**	0.088	0.14	0.22
	0.04**	0.090	0.14	0.21
8 郴州市产品质量监督检验所	0.042	0.096	0.15	0.22
	0.041	0.095	0.14	0.22
	0.040	0.094	0.13	0.21
	0.041	0.095	0.14	0.23
	0.039	0.095	0.15	0.21
	0.040	0.096	0.14	0.22
	0.039	0.093	0.14	0.21

2.2.2 钼元素精密度计算

剔除离群值后，钼的重复性、再现性计算结果见表 2.2.2-1。

表 2.2.2-1 钼的重复性和再现性

统计量	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4
T1	1.88	3.91	7.70	11.91
T2	0.073	0.364	1.088	2.536
T3	49	42	55	56
T4	343	294	379	392
T5	4.46E-05	4.00E-05	2.00E-03	2.03E-03
Sr ²	1.06E-06	1.11E-06	4.26E-05	4.23E-05
SL ²	1.21E-05	1.04E-05	2.19E-04	6.30E-05
SR ²	1.31E-05	1.15E-05	2.61E-04	1.05E-04

Sr	1.03E-03	1.05E-03	6.53E-03	6.50E-03
SR	0.0036	0.0034	0.0162	0.0103
总平均值	0.038	0.093	0.14	0.21
r	0.003	0.003	0.018	0.018
R	0.010	0.010	0.046	0.029

2.3 铋统计结果

2.3.1 各实验室铋原始数据统计

表 2.3.1-1 各实验室铋原始数据

实验室	1	9	10
1 北矿检测技术股份有限公司	0.10	0.23	0.48*
	0.10	0.23	0.47*
	0.10	0.25	0.50*
	0.10	0.23	0.49*
	0.11	0.25	0.46*
	0.10	0.25	0.48*
	0.10	0.23	0.47*
2 洛阳栾川钼业股份有限公司	0.11	0.24	0.49
	0.11	0.25	0.51
	0.10	0.25	0.50
	0.10	0.26	0.50
	0.11	0.25	0.51
	0.11	0.26	0.49
	0.11	0.24	0.49
3 中国有色桂林矿产地质研究院有限公司	0.10	0.25	0.50
	0.11	0.24	0.50
	0.11	0.24	0.50
	0.11	0.25	0.49
	0.11	0.24	0.49
	0.11	0.24	0.49
	0.11	0.24	0.50
4 昆明冶金研究院有限公司	0.10	0.27	0.50
	0.11	0.28	0.49
	0.11	0.26	0.51
	0.10	0.26	0.51
	0.10	0.27	0.50
	0.10	0.25	0.49
	0.10	0.26	0.51

5 湖南柿竹园有色金属有限责任公司郴州钨制品分公司	0.10*	0.23	0.48
	0.10*	0.23	0.46
	0.12*	0.22	0.49
	0.10*	0.23	0.49
	0.11*	0.25	0.46
	0.10*	0.24	0.48
	0.10*	0.23	0.47
6 国标北京	0.10	0.21	0.48
	0.10	0.20	0.48
	0.10	0.20	0.47
	0.10	0.20	0.49
	0.10	0.21	0.47
	0.10	0.21	0.48
	0.10	0.21	0.48
7 大冶有色设计研究院有限公司	0.10	0.24	0.50
	0.10	0.25	0.48
	0.11	0.23	0.50
	0.10	0.24	0.50
	0.10	0.25	0.49
	0.10	0.23	0.50
	0.10	0.24	0.50
8 郴州市产商品质量监督检验所	0.10	0.23	0.48
	0.11**	0.24	0.47
	0.10	0.25	0.49
	0.10	0.23	0.50
	0.10	0.24	0.47
	0.10	0.25	0.49
	0.10	0.22	0.48

2.3.2 铋元素精密度计算

剔除离群值后，铋的重复性、再现性计算结果见表 2.3.2-1。

表 2.3.2-1 铋的重复性和再现性

统计量	水平 1	水平 2	水平 3
T1	5.64	13.38	27.35
T2	0.580	3.210	13.363
T3	55	56	56
T4	379	392	392

T5	9.12E-04	3.66E-03	4.60E-03
Sr ²	1.94E-05	7.62E-05	9.58E-05
SL ²	8.88E-06	2.64E-04	9.56E-05
SR ²	2.83E-05	3.40E-04	1.91E-04
Sr	4.41E-03	8.73E-03	9.79E-03
SR	0.0053	0.0184	0.0138
总平均值	0.10	0.24	0.49
r	0.01	0.02	0.03
R	0.02	0.05	0.04

2.4 锡统计结果

2.4.1 各实验室锡原始数据统计

表 2.4.1-1 各实验室锡原始数据

实验室	6	31	1	4
1 北矿检测 技术股份有 限公司	0.11	0.23	0.40	0.47
	0.13	0.23	0.41	0.48
	0.11	0.24	0.41	0.49
	0.12	0.23	0.42	0.48
	0.11	0.24	0.42	0.47
	0.11	0.24	0.43	0.50
	0.13	0.22	0.42	0.47
2 洛阳栾川 钼业有限公 司	0.10	0.22	0.4**	0.46
	0.11	0.21	0.42**	0.48
	0.11	0.21	0.42**	0.47
	0.10	0.22	0.39**	0.50
	0.11	0.21	0.44**	0.48
	0.11	0.21	0.41**	0.49
	0.11	0.22	0.43**	0.48
3 中国有色 桂林矿产地 质研究院有 限公司	0.09	0.23	0.41	0.50
	0.10	0.23	0.43	0.49
	0.10	0.23	0.42	0.49
	0.10	0.23	0.42	0.49
	0.10	0.23	0.43	0.49
	0.10	0.23	0.43	0.51
	0.10	0.25	0.44	0.50
4 昆明冶金 研究院有限 公司	0.10	0.22	0.43	0.51*
	0.11	0.22	0.42	0.50*
	0.11	0.23	0.43	0.51*
	0.10	0.22	0.44	0.52*

	0.11	0.23	0.42	0.51*
	0.11	0.23	0.42	0.47*
	0.11	0.22	0.44	0.49*
5 湖南柿竹园有色金属有限责任公司郴州钨制品分公司	0.11	0.23	0.40	0.47
	0.12	0.22	0.41	0.49
	0.12	0.24	0.41	0.49
	0.12	0.23	0.42	0.48
	0.11	0.22	0.41	0.47
	0.13	0.24	0.43	0.50
	0.13	0.22	0.40	0.50
6 国标北京	0.11	0.24*	0.41	0.43*
	0.11	0.24*	0.38	0.43*
	0.12	0.25*	0.40	0.43*
	0.11	0.24*	0.38	0.45*
	0.11	0.25*	0.41	0.46*
	0.12	0.25*	0.41	0.44*
	0.10	0.23*	0.40	0.43*
7 大冶有色设计研究院有限公司	0.11	0.23	0.44	0.46
	0.11	0.23	0.44	0.46
	0.11	0.23	0.43	0.47
	0.10	0.21	0.43	0.47
	0.10	0.22	0.44	0.47
	0.10	0.21	0.44	0.47
	0.10	0.22	0.44	0.46
8 郴州市产品质量监督检验所	0.11*	0.23	0.40	0.50
	0.13*	0.24	0.42	0.47
	0.12*	0.22	0.41	0.48
	0.11*	0.22	0.43	0.46
	0.13*	0.24	0.42	0.49
	0.13*	0.23	0.42	0.47
	0.11*	0.22	0.41	0.48

2.4.2 锡元素精密度计算

剔除离群值后，锡的重复性、再现性计算结果见表 2.4.2-1。

表 2.4.2-1 锡的重复性和再现性

统计量	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4
T1	6.18	12.76	20.53	26.78

T2	0.686	2.911	8.608	12.825
T3	56	56	49	56
T4	392	392	343	392
T5	2.36E-03	2.82E-03	4.11E-03	5.29E-03
Sr ²	4.92E-05	5.88E-05	9.80E-05	1.10E-04
SL ²	6.19E-05	6.22E-05	1.46E-04	3.61E-04
SR ²	1.11E-04	1.21E-04	2.44E-04	4.71E-04
Sr	7.01E-03	7.67E-03	9.90E-03	1.05E-02
SR	0.0105	0.0110	0.0156	0.0217
总平均值	0.11	0.23	0.42	0.48
r	0.02	0.02	0.03	0.03
R	0.03	0.03	0.04	0.06

2.5 铝统计结果

2.5.1 各实验室铝原始数据统计

表 2.4.1-1 各实验室铝原始数据

实验室	28	29	1	30	12
1 北矿检测技术股份有限公司	3.06	4.40	5.28*	7.17*	7.93
	3.02	4.45	5.30*	7.11*	7.78
	3.10	4.55	5.40*	6.82*	7.84
	3.20	4.51	5.34*	6.83*	7.88
	3.14	4.48	5.48*	7.02*	7.96
	3.08	4.56	5.26*	6.85*	7.75
	3.02	4.58	5.29*	6.78*	7.71
2 洛阳栾川钼业有限公司	3.02	4.35**	5.34	6.89	7.76
	2.98	4.42**	5.32	6.84	7.85
	3.07	4.32**	5.29	6.78	7.92
	2.99	4.56**	5.31	6.94	8.01
	2.89	4.64**	5.36	7.07	7.74
	3.04	4.5**	5.40	7.12	7.67
	2.92	4.52**	5.33	7.14	7.78
3 中国有色桂林矿产地质研究院有限公司	3.00	4.26	4.93**	6.58	7.65
	3.05	4.22	5.00**	6.67	7.78
	3.02	4.31	4.99**	6.81	7.74
	3.01	4.27	4.98**	6.92	7.79
	3.01	4.26	5.14**	6.80	7.92
	3.02	4.31	5.27**	6.71	7.84
	2.99	4.17	5.34**	6.81	7.91

4 昆明冶金研究院有限公司	3.00	4.34	5.33	7.06	7.99*
	2.98	4.34	5.33	7.04	7.89*
	3.02	4.34	5.30	6.92	7.86*
	3.00	4.39	5.39	7.01	8.02*
	3.06	4.26	5.31	7.10	7.81*
	3.04	4.39	5.34	7.02	8.11*
	3.02	4.38	5.41	7.01	7.86*
5 湖南柿竹园有色金属有限责任公司郴州钨制品分公司	3.11	4.40	5.28	7.20	7.80
	3.10	4.58	5.32	6.75	7.92
	3.10	4.55	5.26	6.92	7.82
	3.20	4.51	5.34	6.93	7.60
	3.14	4.48	5.50	7.02	7.99
	3.08	4.60	5.26	7.11	7.85
	3.05	4.58	5.25	7.10	7.73
6 国标北京	3.07	4.36**	5.08**	7.02	7.72*
	3.06	4.56**	5.12**	7.05	7.94*
	3.05	4.47**	5.15**	7.13	7.53*
	3.12	4.55**	5.13**	7.24	7.81*
	3.14	4.44**	5.12**	7.36	7.94*
	3.10	4.26**	5.33**	7.04	7.77*
	3.15	4.55**	5.46**	7.14	7.87*
7 大冶有色设计研究院有限公司	3.10	4.44	5.25	6.76	7.82
	3.02	4.36	5.28	6.97	7.90
	3.16	4.37	5.30	6.86	7.76
	3.10	4.42	5.32	6.80	7.84
	3.08	4.38	5.36	6.82	7.86
	3.06	4.41	5.28	6.79	7.80
	3.11	4.38	5.29	6.90	7.90
8 郴州市产品质量监督检验所	3.01	4.44	5.29	6.85	7.96
	3.06	4.49	5.38	6.92	7.86
	3.11	4.52	5.37	7.07	7.84
	3.15	4.54	5.46	7.11	7.92
	3.07	4.49	5.41	6.98	7.93
	3.02	4.56	5.41	6.99	7.79
	3.12	4.51	5.38	6.85	7.90

2.5.2 铝元素的精密度计算

剔除离群值后,铝的重复性、再现性计算结果见表 2.5.2-1。

表 2.5.2-1 铝的重复性和再现性

统计量	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
T1	171.39	185.78	224.10	389.50	439.12
T2	524.653	822.178	1195.765	2709.766	3443.434
T3	56	42	42	56	56
T4	392	294	294	392	392
T5	1.08E-01	9.70E-02	1.25E-01	6.84E-01	5.16E-01
Sr ²	2.24E-03	2.69E-03	3.47E-03	1.43E-02	1.07E-02
SL ²	1.88E-03	1.14E-02	3.97E-04	1.13E-02	6.28E-04
SR ²	4.12E-03	1.41E-02	3.86E-03	2.56E-02	1.14E-02
Sr	4.74E-02	5.19E-02	5.89E-02	1.19E-01	1.04E-01
SR	0.0642	0.1185	0.0622	0.1599	0.1066
总平均值	3.06	4.42	5.34	6.96	7.84
r	0.13	0.15	0.17	0.34	0.29
R	0.18	0.34	0.18	0.45	0.30

2.6 镁统计结果

2.6.1 各实验室镁原始数据统计

表 2.6.1-1 各实验室镁原始数据

实验室	15	13	1	16	17
1 北矿检测技术股份有限公司	0.29	0.38	0.64	0.82	1.03
	0.28	0.37	0.62	0.81	1.04
	0.28	0.38	0.64	0.83	1.06
	0.29	0.39	0.62	0.81	1.02
	0.27	0.40	0.64	0.82	1.03
	0.28	0.38	0.63	0.81	1.05
	0.29	0.37	0.65	0.82	1.01
2 洛阳栾川钼业有限公司	0.27	0.39*	0.65	0.84**	1.08*
	0.30	0.38*	0.64	0.85**	1.06*
	0.28	0.36*	0.66	0.85**	1.06*
	0.26	0.35*	0.65	0.82**	1.04*
	0.28	0.37*	0.64	0.81**	1.06*
	0.27	0.39*	0.62	0.84**	1.03*
	0.28	0.39*	0.63	0.82**	1.01*
3 中国有色桂林矿产地质研究院有限	0.30	0.40	0.63	0.82	1.03
	0.29	0.39	0.66	0.83	1.05
	0.29	0.39	0.66	0.84	1.02
	0.30	0.39	0.63	0.83	1.06

公司	0.29	0.39	0.65	0.83	1.07
	0.30	0.39	0.64	0.83	1.04
	0.30	0.38	0.65	0.82	1.05
4 昆明冶金研究院有限公司	0.30	0.40	0.64	0.81*	1.00
	0.31	0.39	0.62	0.82*	1.01
	0.29	0.39	0.64	0.79*	0.99
	0.30	0.38	0.61	0.81*	1.02
	0.29	0.39	0.66	0.81*	1.01
	0.28	0.41	0.62	0.80*	1.03
	0.29	0.39	0.64	0.82*	1.02
5 湖南柿竹园有色金属有限责任公司郴州钨制品分公司	0.30	0.38	0.65	0.82	1.04
	0.28	0.40	0.62	0.83	1.04
	0.29	0.38	0.65	0.83	1.05
	0.29	0.39	0.62	0.80	1.02
	0.27	0.39	0.62	0.82	1.04
	0.29	0.38	0.63	0.80	1.05
	0.29	0.36	0.64	0.82	1.03
6 国标北京	0.27	0.37	0.62	0.83	1.03
	0.30	0.36	0.60	0.84	1.05
	0.29	0.37	0.61	0.83	1.04
	0.30	0.37	0.62	0.83	1.03
	0.28	0.36	0.62	0.83	1.05
	0.29	0.38	0.62	0.84	1.03
	0.28	0.37	0.60	0.84	1.03
7 大冶有色金属设计研究院有限公司	0.26*	0.34	0.61*	0.80	0.98**
	0.25*	0.36	0.58*	0.80	0.98**
	0.26*	0.37	0.59*	0.79	1.05**
	0.27*	0.37	0.61*	0.79	1.08**
	0.28*	0.36	0.60*	0.81	0.99**
	0.26*	0.37	0.58*	0.81	1.00**
	0.27*	0.38	0.59*	0.80	1.02**
8 郴州市产商品质量监督检验所	0.29	0.38	0.60	0.81	1.01
	0.28	0.38	0.63	0.82	1.03
	0.27	0.37	0.61	0.81	1.04
	0.29	0.39	0.62	0.82	1.02
	0.30	0.39	0.61	0.82	1.02

	0.28	0.38	0.64	0.81	1.03
	0.29	0.37	0.62	0.81	1.01

2.6.2 镁元素的精密度计算

剔除离群值后，镁的重复性、再现性计算结果见表 2.6.2-1。

表 2.6.2-1 镁的重复性和再现性

统计量	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
T1	15.92	21.25	35.09	40.04	50.67
T2	4.531	8.068	22.002	32.724	52.404
T3	56	56	56	49	49
T4	392	392	392	343	343
T5	4.46E-03	5.60E-03	8.31E-03	3.00E-03	9.89E-03
Sr ²	9.29E-05	1.17E-04	1.73E-04	7.14E-05	2.35E-04
SL ²	8.70E-05	7.89E-05	2.64E-04	1.23E-04	1.35E-04
SR ²	1.80E-04	1.96E-04	4.37E-04	1.95E-04	3.71E-04
Sr	9.64E-03	1.08E-02	1.32E-02	8.45E-03	1.53E-02
SR	0.0134	0.0140	0.0209	0.0139	0.0193
总平均值	0.28	0.38	0.63	0.82	1.03
r	0.03	0.03	0.04	0.02	0.04
R	0.04	0.04	0.06	0.04	0.05

2.7 锰统计结果

2.7.1 各实验室锰原始数据统计

表 2.7.1-1 各实验室锰原始数据

实验室	11	8	1	18	19
1 北矿检测技术股份有限公司	0.21	0.36	0.67	0.86	1.00
	0.21	0.36	0.66	0.88	1.02
	0.20	0.35	0.67	0.87	1.00
	0.21	0.37	0.68	0.86	1.01
	0.22	0.36	0.69	0.88	1.02
	0.22	0.35	0.64	0.86	1.00
	0.21	0.36	0.66	0.87	1.02
2 洛阳栾川钼业有限公司	0.21	0.35	0.63	0.84	1.04*
	0.20	0.36	0.65	0.87	1.00*
	0.21	0.34	0.63	0.85	0.98*
	0.20	0.35	0.63	0.87	1.02*
	0.22	0.36	0.67	0.84	1.01*
	0.21	0.34	0.68	0.82	1.00*
	0.22	0.36	0.65	0.85	0.99*
3 中国有	0.21	0.37	0.66*	0.88	1.03

色桂林矿产地质研究院有限公司	0.21	0.36	0.67*	0.87	1.03
	0.21	0.36	0.67*	0.87	1.02
	0.21	0.36	0.69*	0.86	1.01
	0.21	0.36	0.67*	0.87	1.04
	0.21	0.36	0.67*	0.87	1.03
	0.22	0.37	0.68*	0.88	1.02
4 昆明冶金研究院有限公司	0.22	0.38*	0.68	0.90	1.00
	0.22	0.39*	0.68	0.90	1.02
	0.21	0.38*	0.69	0.88	0.99
	0.23	0.38*	0.66	0.89	1.01
	0.22	0.37*	0.67	0.88	1.01
	0.21	0.39*	0.67	0.88	1.02
	0.22	0.38*	0.67	0.89	1.00
5 湖南柿竹园有色金属有限责任公司郴州钨制品分公司	0.20	0.36	0.67	0.86	1.00
	0.21	0.36	0.65	0.85	1.05
	0.22	0.36	0.67	0.87	1.00
	0.21	0.37	0.68	0.86	1.01
	0.21	0.34	0.67	0.82	1.04
	0.22	0.35	0.63	0.84	1.01
	0.21	0.36	0.66	0.87	1.02
6 国标北京	0.21	0.35	0.63	0.82	1.01
	0.21	0.36	0.64	0.81	0.99
	0.21	0.35	0.64	0.82	0.98
	0.20	0.34	0.64	0.82	0.99
	0.21	0.34	0.64	0.82	0.98
	0.20	0.33	0.64	0.82	0.98
	0.20	0.34	0.64	0.82	1.01
7 大冶有色设计研究院有限公司	0.21	0.35	0.63	0.84*	0.95**
	0.21	0.37	0.64	0.88*	0.98**
	0.23	0.36	0.67	0.84*	1.04**
	0.22	0.36	0.68	0.82*	1.01**
	0.22	0.35	0.65	0.85*	0.99**
	0.21	0.37	0.66	0.84*	0.97**
	0.22	0.37	0.67	0.86*	1.01**
8 郴州市产商品质	0.22	0.37	0.66	0.82	0.96
	0.21	0.37	0.62	0.84	0.98

里监督检 验所	0.22	0.36	0.65	0.86	0.99
	0.23	0.36	0.64	0.85	1.00
	0.22	0.37	0.63	0.84	0.98
	0.21	0.37	0.62	0.85	0.97
	0.22	0.36	0.64	0.86	0.98

2.7.2 锰元素的精密度计算

剔除离群值后, 锰的重复性、再现性计算结果见表 2.7.2-1。

表 2.7.2-1 锰的重复性和再现性

统计量	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
T1	11.93	20.18	36.81	47.89	49.27
T2	2.541	7.278	24.205	40.983	49.552
T3	56	56	56	56	49
T4	392	392	392	392	343
T5	2.09E-03	2.97E-03	1.02E-02	8.46E-03	8.66E-03
Sr ²	4.35E-05	6.19E-05	2.12E-04	1.76E-04	2.06E-04
SL ²	1.53E-05	1.10E-04	1.74E-04	4.12E-04	2.12E-04
SR ²	5.88E-05	1.72E-04	3.86E-04	5.88E-04	4.18E-04
Sr	6.60E-03	7.87E-03	1.46E-02	1.33E-02	1.44E-02
SR	0.0077	0.0131	0.0197	0.0243	0.0205
总平均值	0.21	0.36	0.66	0.86	1.01
r	0.02	0.02	0.04	0.04	0.04
R	0.02	0.04	0.06	0.07	0.06

2.8 铁统计结果

2.8.1 各实验室铁原始数据统计

表 2.8.1-1 各实验室铁原始数据

实验室	1	11	12	13	14
1 北矿检测技术股份有限公司	7.44	2.30	4.08	4.87	9.83*
	7.48	2.26	4.03	5.06	9.72*
	7.51	2.31	3.93	4.92	9.73*
	7.43	2.28	3.95	4.98	9.70*
	7.54	2.25	4.02	5.05	9.86*
	7.37	2.30	3.98	4.88	9.92*
	7.39	2.29	3.98	5.02	9.68*
2 洛阳栾川钼业股份有限公司	7.43	2.32	4.04	5.08	9.77
	7.45	2.34	3.92	4.91	9.86
	7.42	2.27	3.95	4.95	9.73
	7.51	2.26	3.94	4.88	9.79
	7.37	2.29	4.00	4.94	9.69

	7.40	2.31	3.89	4.98	9.71
	7.39	2.23	3.96	5.02	9.87
3 中国有色桂林矿产地质研究院有限公司	7.39	2.27	3.97	4.98**	9.67
	7.34	2.25	4.03	4.91**	9.75
	7.56	2.28	4.00	4.91**	9.73
	7.45	2.23	3.92	4.94**	9.89
	7.48	2.33	3.99	4.87**	9.71
	7.46	2.28	3.97	4.89**	9.82
	7.42	2.35	4.04	4.94**	9.83
4 昆明冶金研究院有限公司	7.42*	2.37**	3.96	5.01	9.95
	7.51*	2.33**	4.08	5.07	9.90
	7.45*	2.3**	4.06	5.02	9.91
	7.50*	2.32**	3.99	4.99	9.89
	7.38*	2.3**	4.05	4.96	9.91
	7.50*	2.31**	4.01	5.00	9.86
	7.48*	2.32**	3.98	5.05	9.86
5 湖南柿竹园有色金属有限责任公司郴州钨制品分公司	7.1**	2.28	4.08	4.87	9.50
	7.33**	2.26	3.95	5.10	9.72
	7.51**	2.34	3.93	4.92	9.63
	7.23**	2.18	3.95	4.90	9.70
	7.32**	2.25	4.05	5.05	9.75
	7.43**	2.27	3.98	4.88	9.92
	7.39**	2.29	3.98	5.02	9.68
6 国标北京	7.21**	2.30	4.12**	4.65**	9.59**
	7.53**	2.26	4.03**	4.74**	9.99**
	7.44**	2.29	4.03**	4.85**	9.77**
	7.35**	2.28	4.22**	4.85**	9.7**
	7.4**	2.21	4.02**	4.76**	9.77**
	7.13**	2.29	4.04**	4.85**	9.45**
	7.33**	2.26	4.23**	4.81**	9.91**
7 大冶有色设计研究院有限公司	7.38	2.21	3.90	4.90	9.77
	7.34	2.25	3.93	5.09	9.81
	7.50	2.26	3.88	5.00	9.98
	7.53	2.30	4.03	5.02	9.84
	7.50	2.36	4.00	4.96	9.85
	7.38	2.29	4.06	5.03	9.80

	7.44	2.27	3.97	4.99	9.88
8 郴州市 产商品质 量监督检 验所	7.37	2.27	3.96	4.91	9.75
	7.45	2.29	4.05	4.96	9.86
	7.46	2.31	4.02	5.04	9.78
	7.49	2.28	3.99	5.01	9.94
	7.39	2.32	4.05	4.99	9.83
	7.42	2.27	4.01	4.97	9.86
	7.46	2.26	3.99	4.96	9.79

2.8.2 铁元素的精密度计算

剔除离群值后，铁的重复性、再现性计算结果见表 2.8.2-1。

表 2.8.2-1 铁的重复性和再现性

统计量	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
T1	111.70	195.48	209.21	312.58	480.18
T2	254.633	779.865	1042.130	2326.346	4705.740
T3	49	49	42	42	49
T4	343	294	245	294	294
T5	5.81E-02	1.05E-01	1.48E-01	1.23E-01	2.36E-01
Sr ²	1.38E-03	2.51E-03	4.10E-03	3.41E-03	5.62E-03
SL ²	1.28E-04	1.14E-04	1.51E-04	3.06E-04	3.21E-03
SR ²	1.51E-03	2.62E-03	4.25E-03	3.72E-03	8.84E-03
Sr	3.72E-02	5.01E-02	6.40E-02	5.84E-02	7.50E-02
SR	0.0389	0.0512	0.0652	0.0610	0.0940
总平均值	2.28	3.99	4.98	7.44	9.80
r	0.11	0.14	0.18	0.17	0.21
R	0.11	0.14	0.18	0.17	0.27

2.9 铜统计结果

2.9.1 各实验室铜原始数据统计

表 2.9.1-1 各实验室铜原始数据

实验室	23	24	25	26	27
1 北矿检测技术股份有限公司	0.056	0.086	0.11	0.15	0.18
	0.057	0.084	0.12	0.15	0.18
	0.056	0.083	0.11	0.14	0.18
	0.055	0.084	0.12	0.15	0.19
	0.057	0.086	0.11	0.15	0.17
	0.056	0.083	0.12	0.14	0.18
	0.057	0.084	0.11	0.14	0.18
2 洛阳栾川钼业有	0.059**	0.088	0.11*	0.16**	0.19
	0.056**	0.082	0.11*	0.16**	0.19

限公司	0.054**	0.086	0.11*	0.17**	0.20
	0.057**	0.084	0.11*	0.16**	0.19
	0.056**	0.085	0.12*	0.16**	0.18
	0.053**	0.085	0.11*	0.17**	0.20
	0.058**	0.086	0.11*	0.16**	0.19
3 中国有色桂林矿产地质研究院有限公司	0.057	0.085	0.12	0.15	0.18
	0.056	0.084	0.12	0.15	0.19
	0.056	0.083	0.12	0.15	0.19
	0.055	0.084	0.12	0.15	0.19
	0.056	0.085	0.12	0.15	0.19
	0.055	0.084	0.12	0.14	0.19
4 昆明冶金研究院有限公司	0.056	0.086	0.11	0.15	0.18
	0.055	0.086	0.12	0.15	0.19
	0.056	0.087	0.11	0.15	0.19
	0.053	0.087	0.12	0.15	0.19
	0.053	0.086	0.12	0.15	0.19
	0.054	0.088	0.12	0.14	0.18
	0.055	0.086	0.11	0.15	0.19
5 湖南柿竹园有色金属有限责任公司郴州钨制品分公司	0.054	0.086	0.12	0.15	0.18
	0.063**	0.09**	0.11	0.15	0.18
	0.062**	0.09**	0.11	0.15	0.18
	0.057**	0.08**	0.11	0.13	0.18
	0.0569**	0.09**	0.12	0.15	0.19
	0.056**	0.09**	0.11	0.14	0.19
	0.0662**	0.08**	0.13	0.14	0.19
6 国标北京	0.058**	0.08**	0.11	0.14	0.18
	0.053	0.083	0.11	0.15	0.17*
	0.052	0.084	0.11	0.15	0.17*
	0.053	0.083	0.11	0.15	0.17*
	0.054	0.084	0.11	0.15	0.16*
	0.053	0.084	0.11	0.15	0.17*
	0.053	0.083	0.11	0.15	0.17*
7 大冶有色设计研究院有限	0.053	0.085	0.11	0.15	0.16*
	0.056	0.088	0.12	0.16	0.18
	0.057	0.085	0.12	0.15	0.17
	0.058	0.084	0.12	0.15	0.18

公司	0.057	0.085	0.12	0.15	0.18
	0.056	0.086	0.12	0.15	0.18
	0.057	0.085	0.11	0.15	0.18
	0.057	0.085	0.11	0.16	0.17
8 郴州市 产商品质 量监督检 验所	0.055**	0.081	0.11	0.15	0.18*
	0.056**	0.081	0.12	0.14	0.18*
	0.053**	0.084	0.11	0.15	0.19*
	0.053**	0.085	0.12	0.15	0.17*
	0.054**	0.082	0.12	0.14	0.18*
	0.055**	0.084	0.11	0.15	0.19*
	0.054**	0.083	0.11	0.15	0.17*

2.9.2 铜元素的精密度计算

剔除离群值后，铜的重复性、再现性计算结果见表 2.9.2-1。

表 2.9.2-1 铜的重复性和再现性

统计量	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
T1	1.93	4.15	6.40	7.25	10.18
T2	0.107	0.351	0.733	1.072	1.853
T3	35	49	56	49	56
T4	245	343	392	343	392
T5	1.86E-05	6.77E-05	1.18E-03	9.66E-04	1.49E-03
Sr ²	6.19E-07	1.61E-06	2.46E-05	2.30E-05	3.10E-05
SL ²	2.42E-06	1.24E-06	9.60E-06	6.51E-06	5.26E-05
SR ²	3.03E-06	2.85E-06	3.42E-05	2.95E-05	8.35E-05
Sr	7.87E-04	1.27E-03	4.96E-03	4.80E-03	5.56E-03
SR	0.0017	0.0017	0.0058	0.0054	0.0091
总平均值	0.055	0.085	0.11	0.15	0.18
r	0.002	0.004	0.01	0.01	0.02
R	0.005	0.005	0.02	0.02	0.03

2.10 铅统计结果

2.10.1 各实验室铅原始数据统计

表 2.10.1-1 各实验室铅原始数据

实验室	23	24	25	26	27
1 北矿检 测技术服 务有限公 司	0.076	0.15	0.22	0.30	0.39
	0.078	0.14	0.22	0.30	0.38
	0.080	0.14	0.23	0.30	0.38
	0.075	0.15	0.21	0.31	0.40
	0.078	0.15	0.22	0.29	0.38
	0.080	0.14	0.22	0.31	0.38

	0.076	0.15	0.21	0.30	0.39
2 洛阳栾川钼业有限公司	0.073	0.14	0.21	0.30	0.40*
	0.076	0.15	0.22	0.32	0.41*
	0.077	0.14	0.22	0.30	0.40*
	0.079	0.14	0.21	0.30	0.39*
	0.074	0.15	0.22	0.29	0.38*
	0.077	0.14	0.20	0.31	0.38*
	0.078	0.15	0.21	0.30	0.39*
3 中国有色桂林矿产地质研究院有限公司	0.081	0.15	0.23	0.31	0.40
	0.081	0.14	0.23	0.31	0.40
	0.080	0.15	0.22	0.32	0.41
	0.080	0.15	0.23	0.31	0.40
	0.080	0.15	0.23	0.31	0.40
	0.078	0.15	0.23	0.31	0.40
	0.077	0.15	0.22	0.30	0.40
4 昆明冶金研究院有限公司	0.076	0.16	0.23	0.34**	0.43**
	0.077	0.16	0.24	0.35**	0.43**
	0.078	0.15	0.22	0.33**	0.42**
	0.076	0.16	0.23	0.34**	0.41**
	0.077	0.16	0.23	0.34**	0.41**
	0.076	0.15	0.23	0.34**	0.41**
	0.076	0.15	0.24	0.33**	0.42**
5 湖南柿竹园有色金属有限责任公司郴州钨制品分公司	0.07**	0.15	0.22	0.30	0.39
	0.08**	0.15	0.21	0.30	0.39
	0.08**	0.14	0.23	0.28	0.38
	0.08**	0.15	0.21	0.30	0.40
	0.07**	0.15	0.24	0.30	0.40
	0.08**	0.15	0.22	0.31	0.38
	0.08**	0.15	0.21	0.30	0.39
6 国标北京	0.078	0.14*	0.21*	0.31	0.39
	0.077	0.14*	0.20*	0.31	0.37
	0.077	0.13*	0.19*	0.30	0.39
	0.078	0.13*	0.20*	0.30	0.39
	0.076	0.13*	0.19*	0.30	0.37
	0.078	0.14*	0.20*	0.31	0.37
	0.077	0.13*	0.20*	0.31	0.38

7 大冶有色设计研究院有限公司	0.079	0.14	0.22	0.30	0.40
	0.080	0.14	0.23	0.31	0.40
	0.082	0.15	0.23	0.32	0.39
	0.079	0.15	0.23	0.31	0.39
	0.081	0.15	0.22	0.30	0.40
	0.080	0.15	0.22	0.32	0.39
	0.081	0.15	0.23	0.30	0.40
8 郴州市产商品质量监督检验所	0.076	0.15	0.22	0.30	0.39
	0.079	0.14	0.21	0.31	0.38
	0.081	0.15	0.23	0.30	0.39
	0.076	0.14	0.22	0.29	0.39
	0.078	0.15	0.23	0.30	0.38
	0.081	0.15	0.22	0.30	0.39
	0.077	0.14	0.21	0.29	0.39

2.10.2 铅元素的精密度计算

剔除离群值后，铅的重复性、再现性计算结果见表 2.10.2-1。

表 2.10.2-1 铅的重复性和再现性

统计量	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
T1	3.82	8.20	12.28	14.88	19.13
T2	0.298	1.203	2.698	4.520	7.471
T3	49	56	56	49	49
T4	343	392	392	343	343
T5	1.07E-04	1.10E-03	2.71E-03	2.46E-03	2.51E-03
Sr ²	2.54E-06	2.28E-05	5.65E-05	5.85E-05	5.99E-05
SL ²	1.88E-06	3.38E-05	9.51E-05	1.26E-05	4.09E-05
SR ²	4.42E-06	5.66E-05	1.52E-04	7.11E-05	1.01E-04
Sr	1.60E-03	4.78E-03	7.52E-03	7.65E-03	7.74E-03
SR	0.0021	0.0075	0.0123	0.0084	0.0100
总平均值	0.078	0.15	0.22	0.30	0.39
r	0.005	0.01	0.02	0.02	0.02
R	0.006	0.02	0.03	0.02	0.03

2.11 锌统计结果

2.11.1 各实验室锌原始数据统计

表 2.11.1-1 各实验室锌原始数据

实验室	23	24	25	26	27
1 北矿检测技术股份有限公司	0.12	0.21	0.31	0.39	0.52
	0.12	0.21	0.30	0.41	0.50
	0.11	0.20	0.30	0.41	0.52

司	0.12	0.21	0.29	0.40	0.51
	0.11	0.20	0.31	0.39	0.52
	0.12	0.20	0.29	0.39	0.50
	0.11	0.21	0.30	0.40	0.50
2 洛阳栾川钼业有限公司	0.11	0.20	0.30	0.39	0.49
	0.12	0.21	0.29	0.38	0.50
	0.12	0.21	0.29	0.40	0.50
	0.11	0.20	0.28	0.40	0.49
	0.12	0.20	0.31	0.39	0.51
	0.11	0.20	0.29	0.40	0.50
3 中国有色桂林矿产地质研究院有限公司	0.12	0.21	0.32	0.41	0.51
	0.12	0.21	0.31	0.41	0.51
	0.12	0.21	0.32	0.40	0.52
	0.12	0.21	0.32	0.42	0.52
	0.12	0.21	0.31	0.41	0.51
	0.12	0.21	0.32	0.41	0.52
	0.12	0.22	0.31	0.41	0.51
4 昆明冶金研究院有限公司	0.12	0.23*	0.34	0.45*	0.57**
	0.12	0.23*	0.34	0.45*	0.56**
	0.13	0.24*	0.33	0.44*	0.57**
	0.12	0.23*	0.32	0.44*	0.58**
	0.13	0.23*	0.32	0.45*	0.56**
	0.12	0.22*	0.33	0.43*	0.59**
5 湖南柿竹园有色金属有限责任公司郴州钨制品分公司	0.13	0.23*	0.32	0.43*	0.56**
	0.12	0.21	0.31	0.39	0.52
	0.12	0.21	0.31	0.40	0.49
	0.12	0.20	0.30	0.41	0.52
	0.12	0.22	0.30	0.38	0.51
	0.11	0.20	0.31	0.38	0.50
	0.12	0.20	0.29	0.39	0.50
6 国标北京	0.11	0.21	0.30	0.40	0.50
	0.12	0.20	0.31	0.38	0.51
	0.12	0.20	0.31	0.38	0.50
	0.11	0.19	0.31	0.38	0.51
	0.11	0.20	0.30	0.39	0.50

	0.11	0.20	0.31	0.37	0.50
	0.11	0.19	0.31	0.38	0.51
	0.11	0.19	0.31	0.39	0.51
7 大冶有色设计研究院有限公司	0.12	0.21*	0.3**	0.42**	0.53**
	0.12	0.23*	0.34**	0.44**	0.54**
	0.12	0.23*	0.34**	0.43**	0.56**
	0.13	0.22*	0.32**	0.43**	0.54**
	0.13	0.22*	0.32**	0.44**	0.53**
	0.13	0.21*	0.31**	0.4**	0.52**
	0.13	0.21*	0.31**	0.42**	0.5**
8 郴州市产商品质量监督检验所	0.12	0.21	0.31	0.42	0.53
	0.13	0.20	0.31	0.41	0.52
	0.11	0.21	0.30	0.40	0.52
	0.12	0.21	0.29	0.41	0.51
	0.12	0.21	0.31	0.42	0.53
	0.13	0.20	0.30	0.41	0.52
	0.12	0.21	0.31	0.41	0.51

2.11.2 锌元素的精密度计算

剔除离群值后，锌的重复性、再现性计算结果见表 2.11.2-1。

表 2.11.2-1 锌的重复性和再现性

统计量	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
T1	6.66	11.76	15.10	19.80	21.40
T2	0.793	2.475	4.656	8.017	10.905
T3	56	56	49	49	42
T4	392	392	343	343	294
T5	1.28E-03	1.96E-03	2.46E-03	2.83E-03	2.80E-03
Sr ²	2.67E-05	4.08E-05	5.85E-05	6.73E-05	7.78E-05
SL ²	1.64E-05	9.85E-05	1.22E-04	3.70E-04	3.43E-05
SR ²	4.31E-05	1.39E-04	1.81E-04	4.38E-04	1.12E-04
Sr	5.17E-03	6.39E-03	7.65E-03	8.21E-03	8.82E-03
SR	0.0066	0.0118	0.0134	0.0209	0.0106
总平均值	0.12	0.21	0.31	0.40	0.51
r	0.01	0.02	0.02	0.02	0.02
R	0.02	0.03	0.04	0.06	0.03

2.12 钛统计结果

2.12.1 各实验室钛原始数据统计

表 2.12.1-1 各实验室钛原始数据

实验室	1	20	21	4
-----	---	----	----	---

1 北矿检测 技术股份有 限公司	0.085	0.45*	0.68	0.99*
	0.083	0.43*	0.67	0.96*
	0.086	0.46*	0.69	0.99*
	0.085	0.44*	0.67	1.00*
	0.087	0.43*	0.67	0.98*
	0.085	0.46*	0.69	0.97*
	0.083	0.45*	0.69	1.01*
2 洛阳栾川 钼业有限公 司	0.084	0.44	0.66	0.96 (**)
	0.082	0.45	0.65	0.97 (**)
	0.084	0.46	0.64	0.99 (**)
	0.084	0.44	0.67	0.94 (**)
	0.082	0.43	0.68	0.98 (**)
	0.084	0.46	0.65	0.92 (**)
	0.085	0.44	0.66	1 (**)
3 中国有色 桂林矿产地 质研究院有 限公司	0.089*	0.46	0.68	0.98
	0.092*	0.45	0.68	0.99
	0.093*	0.45	0.67	0.98
	0.089*	0.45	0.67	0.99
	0.091*	0.45	0.68	0.98
	0.085*	0.44	0.67	0.99
	0.087*	0.45	0.68	0.98
4 昆明冶金 研究院有限 公司	0.086	0.47	0.66*	1.01
	0.088	0.47	0.69*	0.99
	0.088	0.47	0.64*	0.99
	0.086	0.47	0.69*	0.96
	0.086	0.46	0.68*	0.99
	0.088	0.45	0.68*	0.97
	0.087	0.46	0.66*	0.98
5 湖南柿竹 园有色金属 有限责任公 司郴州钨制 品分公司	0.07**	0.48**	0.68	0.98
	0.08**	0.47**	0.66	0.96
	0.08**	0.46**	0.69	0.97
	0.09**	0.45**	0.67	1.00
	0.08**	0.44**	0.67	0.98
	0.09**	0.42**	0.68	0.97
	0.08**	0.45**	0.69	1.01
6 国标北京	0.082	0.42*	0.64*	0.99

	0.083	0.42*	0.64*	0.98
	0.081	0.43*	0.66*	0.99
	0.082	0.43*	0.65*	0.97
	0.083	0.43*	0.64*	0.97
	0.083	0.41*	0.65*	0.97
	0.083	0.41*	0.64*	0.98
7 大冶有色 设计研究院 有限公司	0.089	0.47	0.65*	0.97
	0.089	0.47	0.68*	0.99
	0.084	0.46	0.69*	0.99
	0.085	0.47	0.70*	0.98
	0.085	0.45	0.68*	0.97
	0.086	0.46	0.65*	0.97
	0.084	0.46	0.66*	0.98
8 郴州市产 商品质量监 督检验所	0.079	0.42*	0.68	0.96**
	0.082	0.45*	0.67	0.94**
	0.083	0.43*	0.69	0.96**
	0.085	0.44*	0.68	0.95**
	0.082	0.42*	0.67	0.97**
	0.086	0.45*	0.68	0.96**
	0.081	0.44*	0.69	0.97**

2.12.2 钛元素精密度计算

剔除离群值后，钛的重复性、再现性计算结果见表 2.12.2-1。

表 2.12.2-1 钛的重复性和再现性

统计量	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4
T1	4.17	21.88	37.53	41.25
T2	0.355	9.779	22.123	40.514
T3	49	49	56	42
T4	343	343	392	294
T5	1.40E-04	4.11E-03	6.71E-03	6.37E-03
Sr ²	3.33E-06	9.80E-05	1.40E-04	1.77E-04
SL ²	6.04E-06	2.10E-04	6.18E-02	1.57E-05
SR ²	9.36E-06	3.08E-04	6.20E-02	1.93E-04
Sr	1.82E-03	9.90E-03	1.18E-02	1.33E-02
SR	0.0031	0.0175	0.2489	0.0139
总平均值	0.085	0.45	0.67	0.98
r	0.005	0.03	0.03	0.04
R	0.009	0.05	0.70	0.04

2.13 砷统计结果

2.13.1 各实验室砷原始数据统计

表 2.13.1-1 各实验室砷原始数据

实验室	1	9	10
1 北矿检测技术股份有限公司	0.10	0.062	0.16
	0.10	0.063	0.16
	0.10	0.062	0.17
	0.10	0.060	0.16
	0.10	0.059	0.16
	0.10	0.062	0.17
	0.10	0.062	0.17
2 洛阳栾川钼业 有限公司	0.10	0.061	0.15
	0.10	0.063	0.16
	0.10	0.064	0.16
	0.10	0.065	0.17
	0.10	0.066	0.16
	0.10	0.062	0.16
	0.10	0.063	0.16
3 中国有色桂林 矿产地质研究院 有限公司	0.10	0.060	0.15
	0.10	0.060	0.15
	0.10	0.058	0.15
	0.10	0.058	0.14
	0.10	0.059	0.14
	0.10	0.059	0.15
	0.10	0.060	0.14
4 昆明冶金研究 院有限公司	0.09	0.064	0.14
	0.10	0.059	0.15
	0.10	0.061	0.15
	0.10	0.062	0.15
	0.09	0.066	0.16
	0.09	0.062	0.15
	0.10	0.065	0.14
5 湖南柿竹园有 色金属有限责任 公司郴州钨制品 分公司	0.1**	0.06**	0.16
	0.1**	0.06**	0.16
	0.11**	0.05**	0.18
	0.1**	0.06**	0.17
	0.12**	0.05**	0.16

	0.1**	0.06**	0.17
	0.1**	0.06**	0.17
6 国标北京	0.10	0.059	0.16
	0.10	0.061	0.15
	0.10	0.060	0.15
	0.10	0.062	0.16
	0.10	0.060	0.16
	0.10	0.061	0.14
	0.10	0.060	0.15
7 大冶有色设计 研究院有限公司	0.10**	0.058	0.14
	0.108**	0.057	0.15
	0.102**	0.064	0.16
	0.099**	0.062	0.15
	0.098**	0.063	0.15
	0.097**	0.060	0.15
	0.104**	0.059	0.16
8 郴州市产商品 质量监督检验所	0.09	0.065	0.15
	0.09	0.061	0.16
	0.09	0.063	0.15
	0.09	0.062	0.17
	0.09	0.061	0.16
	0.09	0.064	0.16
	0.09	0.066	0.15

2.13.2 砷元素精密度计算

剔除离群值后，砷的重复性、再现性计算结果见表 2.13.2-1。

表 2.13.2-1 砷的重复性和再现性

统计量	水平 1	水平 2	水平 3
T1	4.07	3.02	8.73
T2	0.395	0.186	1.364
T3	42	49	56
T4	294	343	343
T5	7.83E-05	1.40E-04	2.14E-03
Sr ²	2.17E-06	3.33E-06	4.46E-05
SL ²	8.15E-06	2.15E-06	5.01E-05
SR ²	1.03E-05	5.48E-06	9.48E-05
Sr	1.47E-03	1.83E-03	6.68E-03
SR	0.0032	0.0023	0.0097

总平均值	0.097	0.062	0.16
r	0.004	0.005	0.02
R	0.009	0.007	0.03

附件 2:

标准征求意见稿意见汇总处理表

标准项目名称:钨钼铋锡多金属矿化学分析方法 第 8 部分 多元素的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

标准项目负责起草单位:北矿检测技术股份有限公司

共 2 页 第 1 页

承办人:孙计先 电话:010-59069603

2024 年 11 月 11 日填写

序号	标准章条编号	意见内容	提出单位	处理意见	备注
1	2.5	建议在所选最佳温度拐点附近细化条件实验	金堆城钼业股份有限公司	采纳	
2	2.4	建议增加酒石酸的加入对所有待测元素的影响	标委会	采纳	
3	2.9	建议调整干扰元素加入量	金堆城钼业股份有限公司	采纳	
4	2.11	回收率实验建议增加元素加入梯度	金堆城钼业股份有限公司	采纳	
5	2.2	待测元素增加可选谱线	洛阳栾川钼业集团股份有限公司	采纳	
6	2.3.1	明确各溶样方式中所用酸的加入量	标委会	采纳	
7		无意间	西安汉唐分析检测有限公司		
8		无意间	广东省资源综合利用研究所		
9		无意间	湖南柿竹园有色金属有限责任公司		
10		无意间	长沙矿冶院检测技术有限责任公司		
11		无意间	赣州冶研所检测技术股份有限公司		

12		无意间	中国检验 认证集团 广东有限 公司		
13					
14					
15					

说明：

- 1) 发送征求意见函的单位：9个；
- 2) 收到征求意见函后，回复的单位：9个；
- 3) 收到征求意见函后，有意见和建议的单位：3个；
- 4) 没有回复意见的单位：0个。
- 5) 预审会提出意见单位：0个。
- 6) 审定会提出意见单位： 个。