

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
（审定稿）

北矿检测技术有限公司

2025 年 3 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。研制钨钼铋锡多金属矿系列化学分析方法，在原矿交易、工艺条件控制、金属平衡结算等方面尤为重要。

我国钨钼铋锡多金属矿分布广泛。湖南柿竹园以钨、钼、铋为主矿种，钨、铋、萤石规模之巨大，世界第一；甘肃小柳沟钼铋或钨钼铋相对富集，小柳沟钨、贵山钨钼、祁宝铜钨、世纪铜钨，储量居亚洲第三；广西珊瑚钨锡矿是我国重要的钨锡矿区；广东云浮大金山钨锡 8 万吨以上储量；云南个旧共生、伴生有 18 种有用矿产，其中铜、铅、锌、钨、银、萤石、硫、砷均有大型矿床分布；云南都龙矿区除锡、铜、钨、铅、钼外，同时还伴生有银、镓、锗、钼、金、铁、硫、砷等 20 余种元素。此外在新疆沙琅、陕西镇安、新疆祖鲁洪等地亦有钨锡铋的重要矿床。

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、钼、钨、铜、铁、锂、镍、磷、铅、铋、钒和锌量的测定 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。

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柳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、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	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柳州钨制品分公司（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 预研阶段

2021年10月~2023年10月，北矿检测技术股份有限公司以网络和现场调研等方式，分别对湖南柿竹园、陕西镇安、甘肃小柳沟、新疆沙珑、新疆祖鲁洪、内蒙古白音查干等地调研钨钼铋锡多金属矿当前和预期的检测需求，并同长沙矿院等同行实验室就碳酸盐含量的测定方法进行技术探讨和试验方案设计。

2.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，完成年限为2025年。

3. 起草阶段

3.1 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行性研究报告等材料。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。

3.2 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。

3.3 讨论稿和编制说明

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

2024年5月底，北矿检测技术股份有限公司将标准文本讨论稿、试验报告和样品同步分发至各验证单位，各单位开展验证工作。

2024年7月，北矿检测技术股份有限公司将验证单位返回的数据、验证报告进行收集整理、汇总和统计，并根据各验证单位反馈情况，优化了试验，确定了讨论版的试验报告和标准文本。

2024年7月24日~27日，全国有色金属标准化技术委员会在山西省大同市召开《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》讨论会。会议对标准讨论稿、试验报告及验证报告进行分析和讨论，并安排了标准研究的后续工作。

参会专家对该项团体标准正文和试验报告进行讨论，主要提出2类修改意见：（1）修改部分文字描述；（2）试验报告中补充酒石酸条件试验、完善干扰条件试验等等。

4. 预审阶段

2024年8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，实验报告主要有（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。

2024年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，撰写编制报告，形成预审稿。11月中旬收集8家非验证单位意

见，形成征求意见汇总表。

2024年11月20日~23日，在海口市召开标准工作会议，入会专家对该项团体标准进行预审，提出3条修改意见，主要有：（1）完善编制说明中项目背景介绍、增加各家验证单位的验证结论与建议；（2）标准正文中试料前处理方法的选择部分，根据元素特性进行方法选择进行补充说明。

5. 审定阶段

6. 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）于铂金坩埚中碱熔分解，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
Ti	0.050~1.00	Pb	0.050~0.40
As	0.050~0.20	Zn	0.10~0.50
Cu	0.050~0.20		
Al	3.00~8.00	Sn	0.10~0.50

(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、砷的测定

对 19#样品进行了不同条件的消解实验,采用 5mL 硝酸+15mL 盐酸①、5mL 硝酸+10mL 盐酸+3mL 高氯酸②、5mL 硝酸+10mL 盐酸+5mL 氢氟酸③、5mL 硝酸+10mL 盐酸+3mL 高氯酸+5mL 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、锡酸溶、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、锡元素进行了酸溶、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、锡酸溶、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
Sn	0.075	0.40	0.41

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,混合熔剂碱熔溶液清亮,能够将样品中的铝溶解完全,因此本方法采用混合熔剂碱熔法进行铝的测定。对于锡的测定,酸溶法不能将钨钼铋多金属矿中锡完全分解,这与锡在矿石中的赋存状态有关,锡在矿石中以酸不溶锡(锡石 SnO_2)形式存在,因此酸溶测定结果明显低于过氧化钠碱熔结果,而采用混合熔剂碱熔结果与过氧化钠碱熔结果完全吻合。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。

为进一步验证混合熔剂碱熔测定锡元素的准确性，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 3 所示。

表 3 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

结果表明两种方法锡测定结果无明显差异，且采用混合熔剂碱熔测定结果与脉锡原矿标准样品的标准值完全吻合，所以本试验将铝元素和锡元素归到同一种分析方法中，均采用混合熔剂碱熔的方法分析，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 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 4 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/(%)（洛钼）		
	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
Sn	0.070	0.41	0.40
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
Sn	0.082	0.42	0.43
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
Sn	0.088	0.43	0.42
元素	样品结果/(%)（柿竹园）		

W	0.34	0.37	0.35
Mo	0.036	0.033	0.034
Bi	0.12	0.11	0.10
Al	4.68	-	5.40
Ti	0.088	0.090	0.090
Sn	0.080	0.40	0.42

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)		脉锡原矿标样 (桂林有色)	
	过氧化钠碱熔	混合熔剂碱熔		
Sn	0.42	0.42	0.89	0.95
	0.41	0.43		
元素	1#样品结果/(%) (桂林有色)		脉锡原矿标准样品 (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	0.87	0.89
	0.41	0.43		
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、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司验证实验表 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 ρ ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	元素	测得量 ρ ($\mu\text{g}/\text{mL}$)			
		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					
0.50	W	0.501	0.503	0.499	0.502
	Mo	0.499	0.498	0.502	0.503
	Bi	0.498	0.502	0.499	0.499
	Fe	0.500	0.503	0.499	0.500
	Mg	0.500	0.499	0.499	0.497
	Mn	0.497	0.501	0.499	0.499

	Ti	0.503	0.501	0.497	0.502
	Pb	0.497	0.499	0.504	0.500
	Zn	0.497	0.502	0.497	0.499
	Cu	0.499	0.499	0.504	0.500
	As	0.503	0.501	0.500	0.504
10.00	W	10.07	10.07	10.01	10.04
	Mo	9.94	10.02	9.98	9.93
	Bi	9.96	10.07	10.04	9.90
	Fe	9.97	9.95	9.95	9.92
	Mg	10.10	10.06	9.97	9.90
	Mn	9.98	9.98	9.95	9.95
	Ti	10.07	10.02	10.06	9.93
	Pb	9.99	9.96	10.00	9.96
	Zn	9.97	9.98	9.93	10.05
	Cu	9.96	10.09	10.10	10.05
As	9.96	10.08	9.98	9.99	
柿竹园郴州钨制品					
0.50	W	0.498	0.503	0.495	0.500
	Mo	0.502	0.502	0.501	0.500
	Bi	0.498	0.500	0.502	0.501
	Fe	0.498	0.495	0.500	0.503
	Mg	0.498	0.499	0.501	0.503
	Mn	0.500	0.501	0.500	0.505
	Ti	0.500	0.501	0.498	0.503
	Pb	0.499	0.504	0.502	0.500
	Zn	0.499	0.502	0.500	0.503
	Cu	0.504	0.498	0.499	0.502
As	0.495	0.499	0.502	0.503	
10.00	W	10.02	10.05	9.98	10.09
	Mo	10.00	10.10	10.05	9.95
	Bi	10.00	9.95	10.00	10.03
	Fe	9.98	10.10	10.02	9.96
	Mg	9.96	9.93	10.00	10.05
	Mn	9.98	10.04	9.97	10.00
	Ti	10.00	10.02	9.95	10.09
	Pb	9.95	9.98	10.10	10.00
	Zn	9.97	10.08	10.05	10.09
	Cu	10.08	10.05	9.95	9.98
As	10.00	10.05	10.05	10.07	

(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 w/%	4.50	4.72	4.85	5.20	5.30	5.28
1#Sn 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、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 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 w/%	4.50	4.72	4.85	5.20	5.30	5.28
1#Sn 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 w/%	4.35	4.66	4.80	5.23	5.28	5.25
1#Sn w/%	0.27	0.34	0.38	0.40	0.42	0.42
有色桂林						
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 w/%	4.63	4.75	4.95	5.07	5.12	5.18
1#Sn w/%	0.29	0.33	0.39	0.41	0.42	0.41
柿竹园郴州钨制品						
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 w/%	4.43	4.82	4.90	5.15	5.40	5.30
1#Sn w/%	0.20	0.37	0.35	0.37	0.42	0.43

(五) 混合熔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	10.10
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、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 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)

干扰元素/mg	W		Mo		Bi		Cu	
Fe40	0.51	10.00	0.50	10.00	0.49	9.96	0.50	10.00
Ca 40	0.50	10.03	0.50	9.98	0.49	10.03	0.50	10.02
Al20	0.50	10.00	0.51	9.97	0.50	10.01	0.51	9.97
Mn10	0.50	10.04	0.50	10.03	0.50	9.96	0.50	9.99
Mg10	0.50	9.96	0.50	10.03	0.50	9.97	0.50	10.02
W4	--	--	0.50	10.03	0.51	10.01	0.50	9.99

干扰元素 /mg	Mn		Mg		Ti		Pb		Zn		As	
	Fe40	0.50	10.01	0.50	9.97	0.49	9.97	0.50	9.97	0.48	9.98	0.51
Ca 40	0.49	10.00	0.49	10.01	0.50	10.01	0.48	9.98	0.49	9.97	0.51	10.00
Al20	0.50	10.04	0.50	9.97	0.51	10.01	0.51	10.03	0.48	10.02	0.52	9.97
Mn10	--	--	0.50	9.98	0.49	10.00	0.48	10.00	0.51	10.02	0.50	9.96
Mg10	0.49	9.98	--	--	0.52	10.02	0.50	10.03	0.48	10.03	0.51	9.97
W4	0.49	10.01	0.51	9.98	0.50	10.00	0.48	9.99	0.50	10.00	0.51	10.01

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)

干扰元素/mg	W		Mo		Bi		Cu	
Fe40	0.50	10.01	0.49	10.00	0.51	10.00	0.48	9.99
Ca 40	0.50	9.99	0.52	9.98	0.49	9.97	0.52	9.95
Al20	0.52	10.09	0.50	10.02	0.51	10.07	0.52	9.98
Mn10	0.50	10.05	0.52	10.05	0.55	9.90	0.47	10.08
Mg10	0.52	9.95	0.52	10.10	0.49	10.00	0.51	10.00
W4	--	--	0.49	9.98	0.48	10.10	0.50	9.95

干扰元素/mg	Mn		Mg		Ti		Pb		Zn		As	
Fe40	0.49	10.00	0.50	10.04	0.45	10.00	0.45	10.01	0.50	9.95	0.50	10.08
Ca 40	0.50	9.98	0.50	10.07	0.47	9.98	0.49	9.86	0.48	9.98	0.50	10.10
Al20	0.50	10.10	0.49	9.79	0.53	10.00	0.55	10.05	0.45	9.86	0.48	10.12
Mn10	--	--	0.51	10.08	0.50	10.02	0.54	10.11	0.50	10.00	0.50	9.85
Mg10	0.51	10.07	--	--	0.55	9.95	0.50	9.95	0.48	10.15	0.55	10.10
W4	0.50	10.05	0.53	9.85	0.53	10.15	0.53	10.10	0.52	10.00	0.48	9.95

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	0.49	10.00	0.508	10.03	0.50	10.10
共存离子组 2	Mo	0.50	10.01	0.49	10.00	0.494	9.99	0.50	10.12
共存离子组 3	Bi	0.48	9.97	0.52	10.01	0.493	10.03	0.49	10.10
共存离子组 4	Ti	0.50	9.92	0.50	9.97	0.501	9.98	0.52	9.95
共存离子组 6	Mg	0.49	9.94	0.51	9.99	0.508	10.03	0.49	10.10
共存离子组 7	Mn	0.50	9.98	0.51	10.00	0.499	10.00	0.50	9.85
共存离子组 8	Pb	0.48	10.02	0.49	10.01	0.500	10.01	0.45	10.12
共存离子组 9	Zn	0.49	9.93	0.50	9.99	0.497	10.01	0.50	10.00
共存离子组 10	Cu	0.50	9.98	0.48	10.02	0.501	10.01	0.50	9.97
共存离子组 11	As	0.48	10.02	0.51	10.02	0.508	10.03	0.49	10.00

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 $3.00\mu\text{g}/\text{mL}$ 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 $\mu\text{g}/\text{mL}$)

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 $\mu\text{g}/\text{mL}$)

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 $1.00 \mu\text{g}/\text{mL}$ 和 $10.00 \mu\text{g}/\text{mL}$ 的铝、 $0.10 \mu\text{g}/\text{mL}$ 和 $2 \mu\text{g}/\text{mL}$ 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 $\rho/(\mu\text{g}/\text{mL})$	测得量 $\rho/(\mu\text{g}/\text{mL})$		
		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郴州钨制品分公司(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 $\mu\text{g}/\text{mL}$) (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	1.00	20.02	0.101	3.02
Ca 30	1.02	20.07	0.100	3.01
Al10	--	--	0.099	3.05
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

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	1.01	20.06
Fe20 Ca30 Al10	Sn	0.10	3.03
昆冶			
Fe20 Ca30	Al	0.98	20.05
Fe20 Ca30 Al10	Sn	0.098	3.03

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 $\rho(\mu\text{g/mL})$		
	$\rho(\text{mg/mL})$	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	1.00	1.02	0.94	0.93
Sn	0.10	0.11	0.092	0.088
Al	10.00	10.01	9.62	9.32
Sn	2.00	2.00	1.90	1.60
桂林有色				
Al	1.00	1.00	0.90	0.92
Sn	0.10	0.098	0.088	0.087
Al	10.00	10.03	9.60	9.26
Sn	2.00	1.97	1.90	1.87
昆冶				
Al	1.00	0.99	0.92	0.90
Sn	0.10	0.10	0.092	0.087
Al	10.00	9.93	9.47	9.19
Sn	2.00	2.01	1.86	1.77
柿竹园				
Al	1.00	1.02	0.94	0.93
Sn	0.10	0.11	0.092	0.088
Al	10.00	10.01	9.62	9.32
Sn	2.00	2.00	1.90	1.60

（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							平均值(%)	RSD(%)
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							平均值 (%)	RSD(%)
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）

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	1006.4	102.1
				700	1456.6	108.1
				1000	1739.4	103.9
	Mo	0.045	90	40	129.1	97.6
				80	169.5	99.4
				120	214.4	103.6
	Bi	0.11	220	100	323.1	103.1
				200	413.8	96.9
				300	535.7	105.2
	Fe	7.44	14880	7000	21607.1	96.1
				15000	29383.5	96.7
				22000	38924.6	109.3
	Mg	0.64	1280	600	1932.2	108.7
				1500	2864.2	105.6
				2000	3160.6	94.0
	Mn	0.67	1340	600	1893.5	92.3
				1500	2803.9	97.6
				2000	3365.1	101.3
	Ti	0.089	178	100	277.3	99.3
				150	327.4	99.6
				250	413.7	94.3
As	0.098	196	100	298.0	102.0	
			200	396.4	100.2	
			300	472.7	92.2	
3	W	0.89	178	50	225.4	94.8
				100	287.9	109.9
				150	322.9	96.6
25	Cu	0.12	240	100	349.2	109.2
				200	432.1	96.1
				300	559.2	106.4
	Pb	0.23	460	200	678.7	109.4
				400	849.7	97.4
				600	1114.0	109.0
	Zn	0.31	620	300	940.4	106.8
				600	1198.8	96.5
				900	1528.4	100.9

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)

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	995	98.3
				700	1409	101.3
				1000	1732	103.2

	Mo	0.037	74	40	116	105.0
				80	150	95.0
				120	195	100.8
	Bi	0.10	200	100	295	95.0
				200	395	97.5
				300	496	98.7
	Fe	7.45	14900	7000	21850	99.3
				15000	30082	101.2
				22000	37586	103.1
	Mg	0.63	1260	600	1852	98.7
				1500	2830	104.7
				2000	3208	97.4
Mn	0.67	1340	600	1935	99.2	
			1500	2890	103.3	
			2000	3325	99.3	
Ti	0.085	170	100	268	98.0	
			150	319	99.3	
			250	416	98.4	
As	0.10	200	100	298	98.0	
			200	395	97.5	
			300	502	100.7	
3	W	0.91	182	50	233	102.0
				100	285	103.0
				150	331	99.3
25	Cu	0.11	220	100	318	98.0
				200	410	95.0
				300	518	99.3
	Pb	0.22	440	200	637	98.5
				400	865	106.3
				600	1043	100.5
Zn	0.3	600	300	898	99.3	
			600	1194	99.0	
			900	1485	98.3	

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	样品编号	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

	1	5.34	10680	9000	15126	99.4
				5000	15470	95.8
				10000	20420	97.4
	12	7.84	15680	15000	25710	100.2
				7000	22645	99.5
				15000	31070	102.6
Sn	6	0.12	240	22000	37108	97.4
				100	337.8	97.8
				200	457	108.5
	31	0.23	460	300	543.6	101.2
				200	653.4	96.7
				400	852	98
	32	0.48	960	600	1075.6	102.6
				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	样品编号	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）

元素	样品编号	元素含量/%	元素含量/ μg	加入量/ μg	测得量/ μg	回收率/%
Al	28	0.42				
	1	5.34	10683	10000	21160	104.8
	12	7.84	15649	15000	31780	107.5
Sn	6	0.12	241	200	21160	100.2
	31	0.23				
	32	0.48				

表 51 加标回收试验分析结果（昆冶一验）

元素	样品编号	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）

元素	样品编号	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	9142	98.7
				6000	12430	104.2
				9000	15078	98.9
	1	5.34	10680	5000	15490	96.2
				10000	20453	97.7
				15000	25732	100.3
	12	7.84	15680	7000	22555	98.2
				15000	30972	101.9
				22000	37328	98.4
Sn	6	0.12	240	100	341	101.0
				200	460	110.0

	31	0.23	460	300	542	100.7
				200	655	97.5
				400	849	97.3
	32	0.48	960	600	1070	101.7
				500	1449	97.8
				900	1822	95.8
			1500	2488	101.9	

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 96.20%~107.5%, 锡元素加标介于 94.00%~110.0%, 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	-

$w_{Fe}/\%$	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
$w_{Mn}/\%$	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
$w_{Mo}/\%$	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
$w_{V}/\%$	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
$w_{Ti}/\%$	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
$w_{Bi}/\%$	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、公司和科研院所推

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 精密度试验原始数据统计结果

《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、锡和铝精密度数据由 8 家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 各实验室钨精度数据统计结果

表 2.1-1 各实验室钨精密度数据统计结果表

水平	结果可接受的实验室个数	可接受的数据个数	平均值 %	重复性标准偏差 (Sr)	再现性标准偏差 (SR)	重复性限 (r) %	再现性限 (R) %
1	6	42	0.11	0.00597614	0.00675476	0.02	0.02
2	7	49	0.35	0.01078097	0.01078097	0.03	0.03
3	6	42	0.90	0.01345185	0.01367753	0.04	0.04
4	7	49	1.41	0.01549632	0.02767503	0.04	0.08
5	6	42	2.02	0.03503966	0.03687569	0.10	0.10

2.2 各实验室钼精度数据统计结果

表 2.2-2 各实验室钼精密度数据统计结果表

水平	结果可接受的实验室个数	可接受的数据个数	平均值 %	重复性标准偏差 (Sr)	再现性标准偏差 (SR)	重复性限 (r) %	再现性限 (R) %
1	7	49	0.038	0.00103016	0.00362410	0.003	0.010
2	6	42	0.093	0.00105409	0.00338625	0.003	0.010
3	8	55	0.14	0.00652592	0.01615902	0.02	0.05
4	8	56	0.21	0.00650092	0.01026081	0.02	0.03

2.3 各实验室铋精度数据统计结果

表 2.3-3 各实验室精密度数据统计结果表

水平	结果可接受的实验室个数	可接受的数据个数	平均值 %	重复性标准偏差 (Sr)	再现性标准偏差 (SR)	重复性限 (r) %	再现性限 (R) %
1	8	56	0.10	0.00435951	0.003156955	0.01	0.01
2	8	56	0.24	0.00872872	0.018449363	0.02	0.05
3	8	56	0.49	0.00978945	0.013836035	0.03	0.04

2.4 各实验室锡精度数据统计结果

表 2.4-4 各实验室锡精密度数据统计结果表

水平	结果可接受的实验室个数	可接受的数据个数	平均值 %	重复性标准偏差 (Sr)	再现性标准偏差 (SR)	重复性限 (r) %	再现性限 (R) %
1	8	56	0.11	0.00701110	0.01053758	0.02	0.03
2	8	56	0.23	0.00766760	0.01100003	0.02	0.03
3	7	49	0.42	0.00989743	0.01563057	0.03	0.04
4	8	56	0.48	0.01049376	0.02170065	0.03	0.06

2.5 各实验室铝精度数据统计结果

表 2.5-5 各实验室铝精密度数据统计结果表

水平	结果可接受的实验室个数	可接受的数据个数	平均值 %	重复性标准偏差 (Sr)	再现性标准偏差 (SR)	重复性限 (r) %	再现性限 (R) %
1	8	56	3.06	0.04735881	0.06417877	0.13	0.18
2	6	42	4.42	0.05190804	0.11853470	0.15	0.34
3	6	42	5.34	0.05887841	0.06215845	0.17	0.18
4	8	56	6.96	0.11937586	0.15992915	0.34	0.45
5	8	56	7.84	0.10365063	0.10663929	0.29	0.30

2.6 各实验室 镁精度数据统计结果

表 2.6-6 各实验室镁精密度数据统计结果表

水平	结果可接受的实验室个数	可接受的数据个数	平均值 %	重复性标准偏差 (Sr)	再现性标准偏差 (SR)	重复性限 (r) %	再现性限 (R) %
1	8	56	0.28	0.00963624	0.01341206	0.03	0.04
2	8	56	0.38	0.01080123	0.01398536	0.03	0.04
3	8	56	0.63	0.01316109	0.02090604	0.04	0.06
4	7	49	0.82	0.00845154	0.01394840	0.02	0.04
5	7	49	1.03	0.01534191	0.01925483	0.04	0.05

2.7 各实验室锰精度数据统计结果

表 2.7-7 各实验室锰精密度数据统计结果表

水平	结果可接受的实验室个数	可接受的数据个数	平均值 %	重复性标准偏差 (Sr)	再现性标准偏差 (SR)	重复性限 (r) %	再现性限 (R) %
1	8	56	0.28	0.00963624	0.01341206	0.03	0.04
2	8	56	0.38	0.01080123	0.01398536	0.03	0.04
3	8	56	0.63	0.01316109	0.02090604	0.04	0.06
4	7	49	0.82	0.00845154	0.01394840	0.02	0.04
5	7	49	1.03	0.01534191	0.01925483	0.04	0.05

1	8	56	0.21	0.00659794	0.00766787	0.02	0.02
2	8	56	0.36	0.00786796	0.01310976	0.02	0.04
3	8	56	0.66	0.01456676	0.01965555	0.04	0.06
4	8	56	0.86	0.01327659	0.02425414	0.04	0.07
5	7	49	1.01	0.01435697	0.02045641	0.04	0.06

2.8 各实验室铁精度数据统计结果

表 2.8-8 各实验室铁精密度数据统计结果表

水平	结果可接受的实验室个数	可接受的数据个数	平均值 %	重复性标准偏差 (Sr)	再现性标准偏差 (SR)	重复性限 (r) %	再现性限 (R) %
1	6	42	2.28	0.03718861650	0.03887634580	0.11	0.11
2	7	49	3.99	0.05007477402	0.05120506372	0.14	0.14
3	7	49	4.98	0.06403743945	0.06520627230	0.18	0.18
4	6	42	7.44	0.05840471823	0.06096428455	0.17	0.17
5	7	49	9.80	0.07499206307	0.09400483348	0.21	0.27

2.9 各实验室铜精度数据统计结果

表 2.9-9 各实验室铜精密度数据统计结果表

水平	结果可接受的实验室个数	可接受的数据个数	平均值 %	重复性标准偏差 (Sr)	再现性标准偏差 (SR)	重复性限 (r) %	再现性限 (R) %
1	5	35	0.055	0.00078679579	0.00174203728	0.002	0.005
2	7	49	0.085	0.00126974206	0.00168829504	0.004	0.005
3	8	56	0.11	0.00495661535	0.00584512985	0.01	0.02
4	7	49	0.15	0.00479577478	0.00543204686	0.01	0.02
5	8	56	0.18	0.00556348640	0.00913934882	0.02	0.03

2.10 各实验室铅精度数据统计结果

表 2.10-10 各实验室铅精密度数据统计结果表

水平	结果可接受的实验室个数	可接受的数据个数	平均值 %	重复性标准偏差 (Sr)	再现性标准偏差 (SR)	重复性限 (r) %	再现性限 (R) %
1	7	49	0.078	0.00159506	0.00210280	0.005	0.006
2	8	56	0.15	0.00477680	0.00752229	0.01	0.02
3	8	56	0.22	0.00751982	0.01231570	0.02	0.03
4	7	49	0.30	0.00764875	0.00843428	0.02	0.02
5	7	49	0.39	0.00773718	0.01003880	0.02	0.03

2.11 各实验室锌精度数据统计结果

表 2.11-各实验室锌精密度数据统计结果表

水平	结果可接受的实验室个数	可接受的数据个数	平均值 %	重复性标准偏差 (Sr)	再现性标准偏差 (SR)	重复性限 (r) %	再现性限 (R) %
1	8	56	0.12	0.00516513	0.00656641	0.01	0.02
2	8	56	0.21	0.00638777	0.01180467	0.02	0.03
3	7	49	0.31	0.00764742	0.01343584	0.02	0.04
4	7	49	0.40	0.00820652	0.02091911	0.02	0.06
5	6	42	0.51	0.00881917	0.01058815	0.02	0.03

2.12 各实验室钛精度数据统计结果

表 2.12-12 各实验室钛精密度数据统计结果表

水平	结果可接受的实验室个数	可接受的数据个数	平均值 %	重复性标准偏差 (Sr)	再现性标准偏差 (SR)	重复性限 (r) %	再现性限 (R) %
1	7	49	0.085	0.00182388	0.00306014	0.005	0.009
2	7	49	0.45	0.00989743	0.01754073	0.03	0.05
3	8	56	0.67	0.01274755	0.06186986	0.03	0.18
4	6	42	0.98	0.01330354	0.01388077	0.04	0.04

2.13 各实验室砷精度数据统计结果

表 2.13-13 各实验室砷精密度数据统计结果表

水平	结果可接受的实验室个数	可接受的数据个数	平均值 %	重复性标准偏差 (Sr)	再现性标准偏差 (SR)	重复性限 (r) %	再现性限 (R) %
1	6	42	0.097	0.00147465	0.00321317	0.004	0.009
2	7	49	0.062	0.00182574	0.00234116	0.005	0.007
3	8	56	0.16	0.00668153	0.00973489	0.02	0.03