中华人民共和国工业和信息化部

202X-XX-XX实施

202X-XX-XX发布

稀土硫化物化学分析方法

 第2部分：氧化锂、氧化锌、氧化钠、

二氧化硅含量的测定

Chemical analysis methods of rare earth sulfides—

Part 2：Determination of lithium oxide、zinc oxide、sodium oxide、silicon oxide content

(预审稿)

ICS 77.120.99

CCS H 14

CCSc

**XB**

XB/T XXX.2—202X

中华人民共和国稀土行业标准

发布

前　　言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是XB/T《稀土硫化物化学分析方法》的第2部分。XB/T XXX.X-202X包含以下部分：

——第1部分：硫含量的测定；

——第2部分：氧化锂、氧化锌、氧化钠、二氧化硅含量的测定。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国稀土标准化技术委员会（SAC/TC 229）提出并归口。

本文件起草单位：包头稀土研究院、包头市宏博特科技有限责任公司、中国北方稀土（集团）高科技股份有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院、天津包钢稀土研究院有限责任公司、国标（北京）检验认证有限公司、虔东稀土集团股份有限公司、有研稀土新材料股份有限公司。

本文件主要起草人：刘琴、翟辉、于勇海、张成、高俊丽、杨大伟、吴英昕、阳兆鸿、张征莲、古娜、孙浩然、曾志平、蔡伟亭、王安丽、强文志、张林娜、刘小建、温斌、王东杰、闫晨

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——本文件为首次发布。

引 言

本文件所提稀土硫化物包括硫化稀土及硫氧化稀土。稀土硫化物具有复杂的晶体结构和独特的光、电、磁性能，良好的导电、热电、催化等性能，使其在颜料、能源材料(如锂电池电极材料、电容器电极材料等)、光催化材料、热电材料、光学材料等领域有丰富的应用。根据检测对象和检测方法的不同，本系列标准由2个部分构成：

——第1部分：硫含量的测定。目的在于建立重量法和容量法测定稀土硫化物中硫含量的方法。

——第2部分：氧化锂、氧化锌、氧化钠、二氧化硅含量的测定。目的在于建立电感耦合等离子发射光谱法和原子吸收光谱法测定稀土硫化物中氧化锂、氧化锌、氧化钠、二氧化硅含量的方法。

稀土硫化物作为颜料在应用过程中，氧化锂和氧化钠作为掺杂剂和助色剂起到稳色和变色的作用。同时在稀土硫化物颜料表面包覆一层透明的惰性氧化物（例如二氧化硅和氧化锌）作为“保护膜”可以提高稀土颜料的热稳定性和化学稳定性，这种氧化物薄膜既不影响颜料的色泽还可以提升颜料的性质。

上述各个部分标准按稀土硫化物生产、贸易中涉及的关键指标依次设立，各部分包括一种或多种检测方法，分别通过制定科学、准确的化学成分分析方法标准，明确适用范围，规范试剂、材料、试验设备和步骤，并经过对多个实验室反复多次的试验和验证获得精密度数据，增强了标准在使用过程中实验室间数据的一致性和可比性，为稀土硫化物产品的质量控制建立严谨、规范的标准化工作基础，适应稀土硫化物的生产和贸易需求，促进稀土产业的持续健康发展。

本文件条款清晰，可操作性强，测定范围能完全覆盖产品标准要求，满足市场要求，在提升稀土硫化物产品质量，促进其生产、贸易及扩大应用需求方面具有非常重要的现实意义。

稀土硫化物化学分析方法

第2部分：氧化锂、氧化锌、氧化钠、二氧化硅含量的测定

1. 范围

本文件规定了稀土硫化物中氧化锂、氧化锌、氧化钠、二氧化硅含量的测定方法。

本文件适用于稀土硫化物中氧化锂、氧化锌、氧化钠、二氧化硅含量的测定。本文件共包含2个方法:火焰原子吸收光谱法（方法1）、电感耦合等离子体原子发射光谱法（方法2）。方法1测定范围（质量分数）：Li2O 0.10%~3.00%；ZnO 0.50%~5.00%；Na2O 0.50%~5.00%，方法2测定范围（质量分数）：Li2O 0.10%~3.00%；ZnO 0.50%~5.00%；Na2O 0.50%~5.00%；SiO2 1.00%~5.00%。

1. 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6682　分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170　数值修约规则与极限数值的表示和判定

JJG 694 原子吸收分光光度计

JJG 768 发射光谱仪

1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

1. 原子吸收光谱法

4.1 方法提要

试料经盐酸及硝酸溶解，采用原子吸收光谱仪中的空气-乙炔火焰，在5%的稀酸介质中，通过标准曲线法测定氧化锂、氧化钠、氧化锌量。

4.2 试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯及以上试剂和符合实验室GB/T 6682规定的三级水。优先使用有证标准溶液。

4.2.1 盐酸（*ρ=*1.19 g/mL）。

4.2.2 硝酸（*ρ=*1.42 g/mL）。

4.2.3 锂标准贮存溶液：称取5.3228g预先经110℃烘2h并在干燥器中冷却的超纯碳酸锂（Li2CO3）于500 mL烧杯中，盖上表皿，缓慢加入125 mL硝酸，加热至完全溶解，煮沸数分钟，冷却至室温。将溶液移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg锂。

4.2.4 锂标准溶液：移取5.00 mL锂标准贮存溶液（4.2.3）于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含50 μg锂。

4.2.5 钠标准贮存溶液：称取2.5421 g经400℃～450℃灼烧到无爆裂声的氯化钠（优级纯）于500 mL烧杯中，加200 mL水溶解，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg钠。

4.2.6 钠标准溶液：移取10.00 mL钠标准贮存溶液（4.2.5）于1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含10 μg钠。

4.2.7 锌标准贮存溶液：准确称取0.2000 g金属锌粒（ω≥99.9%）置于300 mL烧杯中，加20 mL盐酸（1+1），低温溶解，冷却至室温，移入200 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg锌。

4.2.8 锌标准溶液：移取10.00 mL锌标准贮存溶液（4.2.7）于1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含10 μg锌。

4.2.9 乙炔气（体积分数≥99.99%）

4.3 仪器设备

原子吸收光谱仪，带有空气乙炔燃烧器。

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用。

——应符合JJG 694中要求的原子吸收分光光度计检定规程和技术指标；

仪器工作参数见表1。

表1 仪器工作参数

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 波长nm | 灯电流mA | 单色器通带nm | 燃烧器高度mm | 助燃气流量L·min-1 | 乙炔流量L·min-1 | 测定方式 |
| Li | 670.8 | 3 | 0.2 | 7.0 | 1.0 | 1.2 | 标准曲线法 |
| Na | 589.0 | 3 | 0.2 | 7.0 | 0.0 | 1.2 | 标准曲线法 |
| Zn | 213.9 | 3 | 0.4 | 7.0 | 0.0 | 1.3 | 标准曲线法 |

4.4 样品

样品的粒度应不大于0.074 mm。

4.5 试验步骤

4.5.1 试料

根据测定不同的元素，按表2~表4称取样品（4.4），精确至0.0001 g。

表2 试料称取量/移取量

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 氧化锂含量范围% | 试料量g | 定容体积mL | 移取体积mL |
| 0.10～1.50 | 0.20 | 100 | 5.00 |
| >1.50～2.00 | 0.20 | 100 | 2.00 |

表3 试料称取量/移取量

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 氧化钠含量范围% | 试料量g | 定容体积mL | 移取体积mL |
| 0.50～1.50 | 0.20 | 100 | 2.00 |
| >1.50~3.00 | 0.20 | 100 | 1.00 |
| >3.00~5.00 | 0.20 | 200 | 1.00 |

表4 试料称取量/移取量

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 氧化锌含量范围% | 试料量g | 定容体积mL | 移取体积mL |
| 0.5～1.50 | 0.20 | 100 | 2.00 |
| >1.50~3.00 | 0.20 | 100 | 1.00 |
| >3.00~6.00 | 0.20 | 200 | 1.00 |

4.5.2 平行实验

平行做两份试验，取其平均值。

4.5.3 空白试验

随同试料（4.5.1）做空白试验。

4.5.4 分析试液的制备

将试料（4.5.1）置于100 mL烧杯中，加入5 mL盐酸（4.2.1），低温加热使试样与盐酸充分反应，加2 mL硝酸（4.2.2）助溶，样品溶解后取下，冷却至室温。根据表2~表4移入相对应的容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。氧化锂的测定按表2移取试样溶液，移入50 mL容量瓶中，补加2.5 mL硝酸（4.2.2），用水稀释至刻度，混匀，待测。氧化钠的测定按表3移取试样溶液，移入100 mL容量瓶中，补加5mL盐酸（4.2.1），用水稀释至刻度，待测。氧化锌的测定按表4移取试样溶液，移入100 mL容量瓶中，补加5 mL盐酸（4.2.1），用水稀释至刻度，混匀，待测。

4.5.5 系列标准溶液的配制

4.5.5.1 锂系列标准溶液的配制

分别移取0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.50 mL、4.00 mL锂标准溶液（4.2.4）于一组50 mL容量瓶中，补加2.5 mL硝酸（4.2.2），用水稀释至刻度，混匀。配制成浓度为0.00 µg/mL、0.50 µg/mL、1.00 µg/mL、1.50 µg/mL、2.50 µg/mL、4.00 µg/mL系列标准溶液。

4.5.5.2 钠系列标准溶液的配制

分别移取0 mL、1.00 mL、1.50 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL钠标准溶液（4.2.6）于一组50 mL容量瓶中，补加2.5 mL盐酸（4.2.1），用水稀释至刻度，混匀。配制成浓度为0.00 µg/mL、0.20 µg/mL、0.30 µg/mL、0.60 µg/mL、0.80 µg/mL、1.00 µg/mL系列标准溶液。

4.5.5.3 锌系列标准溶液的配制

分别移取0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL锌标准溶液（4.2.8）于一组50 mL容量瓶中，补加2.5 mL盐酸（4.2.1），用水稀释至刻度，混匀。配制成浓度为0.00 µg/mL、0.20 µg/mL、0.40 µg/mL、0.60 µg/mL、0.80 µg/mL、1.00 µg/mL系列标准溶液。

4.5.6 测定

将分析试液（4.5.4）、空白试液（4.5.3）与系列标准溶液（4.5.5）同时使用空气-乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长670.8 nm处测量锂、波长589.0 nm处测钠、波长213.9 nm处测锌的吸光度。以锂（钠、锌）的浓度为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线，从标准工作曲线上查得被测溶液中锂（钠、锌）浓度。

4.6 试验数据处理

按照公式（1）计算氧化锂、氧化锌、氧化钠的质量分数，以ω1计：

 .............................................（1）

式中：

*ρ1*——从工作曲线上查得试液中锂（钠、锌）的浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

*ρ0*——从工作曲线上查得试样空白中锂（钠、锌）的浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*V*——试液总体积，单位为毫升（mL）；

*V2* ——移取试液体积，单位为毫升（mL）；

*m0*——样品的质量，单位为克（g）；

*V1* ——试液测定的体积，单位为毫升（mL）；

*k* ——待测元素单质和氧化物的换算系数（见表5），计算单质含量时，*k*=1。

两次平行测定结果的绝对差值不大于表6中相应重复性限时，取其平均值作为测定结果。当结果<1.00%时，保留两位有效数字；当结果≥1.00%时，保留至小数点后两位，数值修约按GB/T 8170的规定执行。

表5单质与氧化物之间的换算系数

|  |  |
| --- | --- |
| 待测元素 | 换算系数/*k* |
| 锂 | 0.4647 |
| 钠 | 0.7418 |
| 锌 | 0.8034 |

4.7 精密度

精密度结果根据2024年，7家实验室对稀土硫化物中各元素4个不同水平样品协同试验确定。每个实验室对每个水平样品的氧化钠、氧化锂、氧化锌含量在重复性条件下独立测定11次。试验数据按GB/T 6379.2进行统计分析。

4.7.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过重复性限（*r*），超过重复性限（*r*）的情况不超过5%，重复性限（*r*）按表6数据采用线性内插法或外延法求得。

表6 重复性限（*r*）

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 测定元素 | 质量分数/% | 重复性限(*r*)% |
| 氧化锂 | 0.48 | 0.03 |
| 0.71 | 0.03 |
| 1.47 | 0.06 |
| 2.15 | 0.11 |
| 氧化钠 | 0.52 | 0.03 |
| 2.44 | 0.09 |
| 3.95 | 0.13 |
| 5.45 | 0.18 |
| 氧化锌 | 0.49 | 0.03 |
| 1.21 | 0.06 |
| 3.65 | 0.09 |
| 4.94 | 0.17 |
| 注1：重复性限（r）为2.8×Sr，Sr为重复性限标准偏差。 |

4.7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的的绝对差值不大于再现性限（*R*），超过再现性限（*R*）的情况不超过5%，再现性限（*R*）按表7数据采用线性内插法或外延法求得。

表7 再现性限（*R*）

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 测定元素 | 质量分数/% | 再现性限(*R*)% |
| 氧化锂 | 0.48 | 0.03 |
| 0.71 | 0.04 |
| 1.47 | 0.07 |
| 2.15 | 0.13 |
| 氧化钠 | 0.52 | 0.07 |
| 2.44 | 0.09 |
| 3.95 | 0.14 |
| 5.45 | 0.19 |
| 氧化锌 | 0.49 | 0.04 |
| 1.21 | 0.07 |
| 3.65 | 0.12 |
| 4.94 | 0.18 |
| 注1：再现性限（R）为2.8×SR，SR为再现性限标准偏差。 |

5 电感耦合等离子体发射光谱法

5.1 方法提要

试料经盐酸和硝酸溶解，采用电感耦合等离子体发射光谱仪，在稀酸介质中测定氧化锂、氧化锌、氧化钠和二氧化硅含量。

5.2 试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯及以上试剂和符合实验室GB/T 6682规定的三级水。优先使用有证标准溶液。

5.2.1 盐酸（*ρ=*1.19 g/mL）。

5.2.2 硝酸（*ρ=*1.42 g/mL）。

5.2.3 过氧化氢[ω（H2O2）≥30%]。

5.2.4 钠标准贮存溶液：称取2.5421 g经400℃～450℃灼烧到无爆裂声的氯化钠（优级纯）于500 mL烧杯中，加200 mL水溶解，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg钠。

5.2.5 锂标准贮存溶液：称取5.3228 g预先经110℃烘2h并在干燥器中冷却的超纯碳酸锂（Li2CO3）于500 mL烧杯中，盖上表皿，缓慢加入125 mL硝酸，加热至完全溶解，煮沸数分钟，冷却至室温。将溶液移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg锂。

5.2.6 锌标准贮存溶液：准确称取0.2000 g金属锌粒（ω≥99.9%）置于300 mL烧杯中，加20 mL（1+1）盐酸，低温溶解，冷却至室温，移入200 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg锌。

5.2.7 硅标准贮存溶液：称取0.1000 g单质硅（ω≥99.9%）置于100 mL聚四氟乙烯消化罐中，加入2 g氢氧化钾，放入烘箱中，于150℃下溶解16h，取出，冷却，移入100 mL塑料容量瓶中，用水稀释至刻度。混匀。此溶液1 mL含1 mg硅。

5.2.8 混合标准溶液：分别移取钠标准贮存溶液(5.2.5)、锂标准贮存溶液(5.2.6)、锌标准贮存溶液(5.2.7)各10.00 mL于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含钠、锂、锌各100 μg。

5.2.9 硅标准溶液：移取硅标准贮存溶液(5.2.8) 10.00 mL于100 mL塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含100 μg硅。

5.2.10 氩气（体积分数≥99.99%）

5.3 仪器设备

5.3.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用：

——应符合JJG 768中要求的发射光谱仪检定规程和技术指标；

——分辨率<0.007 nm（200 nm处）

5.3.2 电子天平：分度值0.1 mg。

5.4 样品

样品的粒度应不大于0.074 mm。

5.5 试验步骤

5.5.1试料

按表8称取样品（5.4），精确至0.0001 g。

表8 试料称取量/移取量

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 质量分数% | 试料g | 试液总体积mL | 移取试液体积mL | 定容体积mL |
| 0.10～1.00 | 0.20 | 100 | / | / |
| >1.00～6.00 | 0.20 | 100 | 5.00 | 50 |

5.5.2 平行实验

平行做两份试验，取其平均值。

5.5.3 空白试验

随同试料（5.5.1）做空白试验。

5.5.4 分析试液的制备

将试料（5.5.1）置于100 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入50 mL水，低温加热约5 min，加入5 mL的盐酸（5.2.1），低温加热使试样与盐酸充分反应，加2 mL硝酸（5.2.2）助溶。样品溶解后取下，冷却至室温，移入100 mL聚四氟乙烯塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。按表8进行分取测定。

5.5.5 系列标准溶液的配制

5.5.5.1 混合系列标准溶液的配制

分别移取混合标准溶液（5.2.8）0.00 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.50 mL、5.00 mL、10.00 mL于50 mL容量瓶中，配制成钠、锂、锌元素浓度为0.00 µg/mL、0.50 µg/mL、1.00 µg/mL、2.00 µg/mL、5.00 µg/mL、10.00 µg/mL、20.00 µg/mL的系列标准溶液。

5.5.5.2 硅系列标准溶液的配制

分别移取硅标准溶液（5.2.9）0.00 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.50 mL、5.00 mL、10.00 mL于50 mL容量瓶中，配制成硅元素浓度分别为0.00 µg/mL、0.50 µg/mL、1.00 µg/mL、2.00 µg/mL、5.00 µg/mL、10.00 µg/mL、20.00 µg/mL的系列标准溶液。

5.5.6 测定

5.5.6.1 推荐分析线波长见表9。

表9 推荐分析线

|  |  |
| --- | --- |
| 元素 | 推荐分析线（nm） |
| 锂 | 670.783 |
| 锌 | 213.857 206.200 |
| 钠 | 589.592 |
| 硅 | 212.412 250.690 251.611 252.412 |

5.5.6.2 标准曲线的绘制

待电感耦合等离子体发射光谱仪运行稳定后，在选定的仪器工作条件下，于待测元素推荐分析线波长处，依次测定系列标准溶液（5.5.5）中待测元素的发射强度。以标准溶液中待测元素的质量浓度为横坐标，待测元素的信号强度为纵坐标，由仪器软件绘制标准曲线。标准曲线相关系数应在0.9995以上，否则需要重新进行标准化或重新配制系列标准溶液进行标准化。

5.5.6.3 分析试液和空白试液的测定

在标准曲线（5.5.6.2）符合测定的要求后，立即测定分析试液（5.5.4）和空白试液（5.5.3）中待测元素的发射强度，仪器根据标准曲线自动进行数据处理，计算并输出氧化锂、氧化锌、氧化钠、二氧化硅含量。

5.6 试验数据处理

按照公式（2）计算氧化锂、氧化锌、氧化钠、二氧化硅的质量分数，待测元素单质与氧化物之间的换算系数见表10，以ω2计：

.............................................（2）

式中：

*ρ*3 ——样品溶液中待测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*ρ*4 ——空白溶液中待测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*V*3 ——试液总体积，单位为毫升（mL）；

*V*5 ——分析试液体积，单位为毫升（mL）；

*m*1——样品的质量，单位为克（g）；

*V*4 ——移取试液体积，单位为毫升（mL）；

*k* ——待测元素单质和氧化物的换算系数（见表10），计算单质含量时，*k*=1。

两次平行测定结果的绝对差值不大于表11中相应重复性限时，取其平均值作为测定结果。当结果<1.00%时，保留两位有效数字；当结果≥1.00%时，保留至小数点后两位，数值修约按GB/T 8170的规定执行。

表10单质与氧化物之间的换算系数

|  |  |
| --- | --- |
| 待测元素 | 换算系数/*k* |
| 锂 | 0.4647 |
| 钠 | 0.7418 |
| 锌 | 0.8034 |
| 硅 | 0.4674 |

5.7 精密度

精密度结果根据2024年，7家实验室对稀土硫化物中各元素5个不同水平样品（二氧化硅4个不同水平）协同试验确定。每个实验室对每个水平样品的氧化锂、氧化锌、氧化钠和二氧化硅含量在重复性条件下独立测定11次。试验数据按GB/T 6379.2进行统计分析。

5.7.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过重复性限（*r*），超过重复性限（*r*）的情况不超过5%，重复性限（*r*）按表11数据采用线性内插法或外延法求得。

表11 重复性限（*r*）

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 测定元素 | 质量分数/% | 重复性限(*r*)% |
| 氧化锂 | 0.12 | 0.02 |
| 0.73 | 0.03 |
| 1.41 | 0.05 |
| 1.90 | 0.06 |
| 2.42 | 0.06 |
| 氧化锌 | 0.50 | 0.03 |
| 1.25 | 0.04 |
| 2.90 | 0.12 |
| 3.72 | 0.12 |
| 4.72 | 0.12 |
| 氧化钠 | 0.50 | 0.03 |
| 1.56 | 0.09 |
| 2.81 | 0.12 |
| 3.88 | 0.19 |
| 5.55 | 0.13 |
| 二氧化硅 | 1.06 | 0.06 |
| 2.76 | 0.10 |
| 3.37 | 0.13 |
| 4.41 | 0.07 |
| 注1：重复性限（r）为2.8×Sr，Sr为重复性限标准偏差。 |

5.7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的的绝对差值不大于再现性限（*R*），超过再现性限（*R*）的情况不超过5%，再现性限（*R*）按表12数据采用线性内插法或外延法求得。

表12 再现性限（*R*）

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 测定元素 | 质量分数/% | 再现性限(*R*)% |
| 氧化锂 | 0.12 | 0.02 |
| 0.73 | 0.03 |
| 1.41 | 0.05 |
| 1.90 | 0.06 |
| 2.42 | 0.16 |
| 氧化锌 | 0.50 | 0.03 |
| 1.25 | 0.04 |
| 2.90 | 0.12 |
| 3.72 | 0.13 |
| 4.72 | 0.28 |
| 氧化钠 | 0.50 | 0.03 |
| 1.56 | 0.09 |
| 2.81 | 0.13 |
| 3.88 | 0.19 |
| 5.55 | 0.35 |
| 二氧化硅 | 1.06 | 0.06 |
| 2.76 | 0.11 |
| 3.37 | 0.22 |
| 4.41 | 0.30 |
| 注1：再现性限（R）为2.8×SR，SR为再现性限标准偏差。 |