



# 中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX. 2—202X

## 稀土锆基化合物化学分析方法 第2部分：氧化锆和氧化铪含量的测定 苦杏仁酸重量法

Chemical analysis methods for rare earth zirconium based compounds—  
Part 2: Determination of zirconium oxide and hafnium oxide total  
content—Mandelic acid gravimetric method

(送审稿)

202X-XX-XX 发布

202X-XX-XX 实施

中华人民共和国国家市场监督管理总局  
中国国家标准化管理委员会

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 GB/T XXX《稀土锆基化合物化学分析方法》的第 2 部分。GB/T XXX 已经发布了以下部分：

——第 1 部分：稀土总量的测定；

——第 2 部分：氧化锆和氧化钨含量的测定 苦杏仁酸重量法。

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。

本部分起草单位：国标（北京）检验认证有限公司、虔东稀土集团股份有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、包头稀土新材料技术研发中心、有研稀土新材料股份有限公司。

本部分主要起草人：



## 引 言

稀土锆基化合物是指稀土元素与锆元素形成的多元化合物，包括氧化钇稳定氧化锆（或复合钇锆陶瓷粉）、铈锆复合氧化物、锆酸钇镜、钪稳定氧化锆等，在固体氧化物燃料电池(SOFC)、氧气传感器、尾气或废弃净化催化剂及热障涂层等方面已获得广泛应用。化学成分是稀土锆基化合物产品的重要考核指标，但目前仅有XB/T 625-2020《稀土复合钇锆陶瓷材料化学分析方法 氧化钪、氧化铝、氧化钠和氧化铁含量的测定》、XB/T 625-2020《稀土复合钇锆陶瓷材料化学分析方法 氧化锆、氧化钇、氧化钪含量的测定》两项分析方法标准，缺乏系统、完善的分析方法标准体系。本系列标准将针对稀土锆基化合物中稀土总量、氧化锆和氧化钪含量、稀土杂质、非稀土杂质等化学成分的检测，建立体系化的分析方法。

目前，GB/T XXX《稀土锆基化合物化学分析方法》由2个部分构成：

- 第1部分：稀土总量的测定；
- 第2部分：氧化锆和氧化钪含量的测定 苦杏仁酸重量法。

上述各个部分标准按稀土锆基化合物生产与贸易中常规的检测元素依次设立，各部分包括一种或多种检测方法，分别明确适用范围、试剂材料与试验设备的选择，规范试验步骤，并经过反复多次的试验和验证给出精密度数据，可以增强不同实验室间数据的一致性和可比性，为稀土锆基化合物产品的品质核查提供严谨、规范的技术手段，有利于促进稀土锆基化合物产品的生产和贸易。

目前，国内外相关的氧化锆和氧化钪含量的检测标准YS/T 568.1-2008《氧化锆、氧化钪化学分析方法 氧化锆和氧化钪含量的测定 苦杏仁酸重量法》仅适用于氧化锆和氧化钪产品，对于含具有相反化学性质的稀土和锆元素的化合物材料，不能满足其准确分析的需求。重量法是测定主量元素的常用方法，准确度高。其中苦杏仁酸重量法是测定氧化锆和氧化钪含量的一种经典方法，技术上具有可行性。

本文件在稀土分析行业内规范了稀土锆基化合物中氧化锆和氧化钪含量的分析方法、增强了检测数据可比性，对于相关产业的发展有着十分重要的意义。本文件精密度数据是在2025年，分别由6家实验室对稀土锆基化合物中氧化锆和氧化钪含量的9个不同水平样品进行协同试验确定的。每家实验室对稀土锆基化合物中氧化锆和氧化钪含量的每个水平在重复性条件下独立测定11次。实验数据按GB/T 6379.2进行统计分析。

# 稀土锆基化合物化学分析方法

## 第2部分：氧化锆和氧化钪含量的测定

### 苦杏仁酸重量法

#### 1 范围

本文件描述了稀土锆基化合物中氧化锆和氧化钪含量的测定方法。

本文件适用于氧化钪稳定氧化锆（或复合钪锆陶瓷粉）、钪锆复合氧化物、锆酸钪和钪稳定氧化锆中氧化锆和氧化钪含量的测定。测定范围（质量分数）：24.00 %~96.00 %。

#### 2 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 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 768 发射光谱仪检定规程

#### 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

#### 4 方法原理

试样经酸溶解，经氨水分离，在 2.4 mol/L~3 mol/L 的热盐酸溶液中，锆、钪离子与苦杏仁酸生成苦杏仁酸锆钪白色絮状沉淀。沉淀于 900℃ 灼烧并称重。烧成物经酸溶解后，采用电感耦合等离子体发射光谱仪测定烧成物中夹杂的稀土氧化物含量。通过减杂计算得到试样中氧化锆和氧化钪含量。

#### 5 试剂

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 GB/T 6682 规定的二级水。优先使用有证标准溶液。

- 5.1 硫酸铵。
- 5.2 氢氟酸 ( $\rho=1.15 \text{ g/mL}$ )。
- 5.3 硝酸 ( $\rho=1.42 \text{ g/mL}$ )。
- 5.4 盐酸 ( $\rho=1.19 \text{ g/mL}$ )。
- 5.5 过氧化氢 ( $w(\text{H}_2\text{O}_2) \geq 30\%$ )。
- 5.6 氨水 ( $\rho=0.89 \text{ g/mL}$ )。

- 5.7 硫酸(1+1)。
- 5.8 盐酸(1+1)。
- 5.9 硫酸洗液 (1+99)。
- 5.10 氨水洗液 (1+99)。
- 5.11 苦杏仁酸溶液(150g/L)。
- 5.12 苦杏仁酸洗液:将50 mL苦杏仁酸溶液 (5.11) 和10 mL盐酸 (5.4) 溶于500 mL水中, 混匀。
- 5.13 氧化镧标准贮存溶液: 称取0.5000 g经950 °C灼烧1 h的氧化镧 [ $w(\text{La}_2\text{O}_3/\text{REO}) \geq 99.99\%$ ,  $w(\text{REO}) \geq 99.5\%$ ] 置于100 mL烧杯中, 加入10 mL盐酸 (5.8), 低温加热分解至清亮, 冷却至室温, 移入100 mL容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液1 mL含5 mg氧化镧。
- 5.14 氧化铈标准贮存溶液: 称取0.5000 g经950 °C灼烧1 h的氧化铈 [ $w(\text{CeO}_2/\text{REO}) \geq 99.99\%$ ,  $w(\text{REO}) \geq 99.5\%$ ] 置于100 mL烧杯中, 加入10 mL硝酸 (5.3) 和2 mL过氧化氢 (5.5), 低温加热分解至清亮, 冷却至室温, 移入100 mL容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液1 mL含5 mg氧化铈。
- 5.15 氧化镨标准贮存溶液: 称取0.5000 g经950 °C灼烧1 h的氧化镨 [ $w(\text{Pr}_6\text{O}_{11}/\text{REO}) \geq 99.99\%$ ,  $w(\text{REO}) \geq 99.5\%$ ] 置于100 mL烧杯中, 加入10 mL盐酸 (5.8), 低温加热分解至清亮, 冷却至室温, 移入100 mL容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液1 mL含5 mg氧化镨。
- 5.16 氧化钕标准贮存溶液: 称取0.5000 g经950 °C灼烧1 h的氧化钕 [ $w(\text{Nd}_2\text{O}_3/\text{REO}) \geq 99.99\%$ ,  $w(\text{REO}) \geq 99.5\%$ ] 置于100 mL烧杯中, 加入10 mL盐酸 (5.8), 低温加热分解至清亮, 冷却至室温, 移入100 mL容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液1 mL含5 mg氧化钕。
- 5.17 氧化钐标准贮存溶液: 称取0.5000 g经950 °C灼烧1 h的氧化钐 [ $w(\text{Sm}_2\text{O}_3/\text{REO}) \geq 99.99\%$ ,  $w(\text{REO}) \geq 99.5\%$ ], 置于100 mL烧杯中, 加入10 mL盐酸 (5.8), 低温加热至溶解完全, 冷却至室温, 移入100 mL容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液1 mL含5 mg氧化钐。
- 5.18 氧化铕标准贮存溶液: 称取0.5000 g经950 °C灼烧1 h的氧化铕 [ $w(\text{Eu}_2\text{O}_3/\text{REO}) \geq 99.99\%$ ,  $w(\text{REO}) \geq 99.5\%$ ], 置于100 mL烧杯中, 加入10 mL盐酸 (5.8), 低温加热至溶解完全, 冷却至室温, 移入100 mL容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液1 mL含5 mg氧化铕。
- 5.19 氧化钆标准贮存溶液: 称取0.5000 g经950 °C灼烧1 h的氧化钆 [ $w(\text{Gd}_2\text{O}_3/\text{REO}) \geq 99.99\%$ ,  $w(\text{REO}) \geq 99.5\%$ ] 置于100 mL烧杯中, 加入10 mL盐酸 (5.8), 低温加热分解至清亮, 冷却至室温, 移入100 mL容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液1 mL含5 mg氧化钆。
- 5.20 氧化铽标准贮存溶液: 称取0.5000 g经950 °C灼烧1 h的氧化铽 [ $w(\text{Tb}_4\text{O}_7/\text{REO}) \geq 99.99\%$ ,  $w(\text{REO}) \geq 99.5\%$ ], 置于100 mL烧杯中, 加入10 mL盐酸 (5.8), 低温加热至溶解完全, 冷却至室温, 移入100 mL容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液1 mL含5 mg氧化铽。
- 5.21 氧化镝标准贮存溶液: 称取0.5000 g经950 °C灼烧1 h的氧化镝 [ $w(\text{Dy}_2\text{O}_3/\text{REO}) \geq 99.99\%$ ,  $w(\text{REO}) \geq 99.5\%$ ], 置于100 mL烧杯中, 加入10 mL盐酸 (5.8), 低温加热至溶解完全, 冷却至室温, 移入100 mL容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液1 mL含5 mg氧化镝。
- 5.22 氧化钬标准贮存溶液: 称取0.5000 g经950 °C灼烧1 h的氧化钬 [ $w(\text{Ho}_2\text{O}_3/\text{REO}) \geq 99.99\%$ ,  $w(\text{REO}) \geq 99.5\%$ ], 置于100 mL烧杯中, 加入10 mL盐酸 (5.8), 低温加热至溶解完全, 冷却至室温, 移入100 mL容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液1 mL含5 mg氧化钬。
- 5.23 氧化铒标准贮存溶液: 称取0.5000 g经950 °C灼烧1 h的氧化铒 [ $w(\text{Er}_2\text{O}_3/\text{REO}) \geq 99.99\%$ ,  $w(\text{REO}) \geq 99.5\%$ ], 置于100 mL烧杯中, 加入10 mL盐酸 (5.8), 低温加热至溶解完全, 冷却至室温, 移入100 mL容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液1 mL含5 mg氧化铒。
- 5.24 氧化镱标准贮存溶液: 称取0.5000 g经950 °C灼烧1 h的氧化镱 [ $w(\text{Tm}_2\text{O}_3/\text{REO}) \geq 99.99\%$ ,  $w(\text{REO}) \geq 99.5\%$ ], 置于100 mL烧杯中, 加入10 mL盐酸 (5.8), 低温加热至溶解完全, 冷却至室温, 移入100 mL容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液1 mL含5 mg氧化镱。
- 5.25 氧化镱标准贮存溶液: 称取0.5000 g经950 °C灼烧1 h的氧化镱 [ $w(\text{Yb}_2\text{O}_3/\text{REO}) \geq 99.99\%$ ,  $w(\text{REO})$

≥99.5%]置于100 mL烧杯中，加入10 mL盐酸（5.8），低温加热分解至清亮，冷却至室温，移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含5 mg氧化镱。

5.26 氧化镱标准贮存溶液：称取0.5000 g经950 °C灼烧1 h的氧化镱 [ $w(\text{Lu}_2\text{O}_3/\text{REO}) \geq 99.99\%$ ,  $w(\text{REO}) \geq 99.5\%$ ]，置于100 mL烧杯中，加入10 mL盐酸（5.8），低温加热至溶解完全，冷却至室温，移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含5 mg氧化镱。

5.27 氧化钇标准贮存溶液：称取0.5000 g经950 °C灼烧1 h的氧化钇 [ $w(\text{Y}_2\text{O}_3/\text{REO}) \geq 99.99\%$ ,  $w(\text{REO}) \geq 99.5\%$ ]置于100 mL烧杯中，加入10 mL盐酸（5.8），低温加热分解至清亮，冷却至室温，移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含5 mg氧化钇。

5.28 氧化铈标准贮存溶液：称取0.5000 g经950 °C灼烧1 h的氧化铈 [ $w(\text{Sc}_2\text{O}_3/\text{REO}) \geq 99.99\%$ ,  $w(\text{REO}) \geq 99.5\%$ ]，置于100 mL烧杯中，加入10 mL盐酸（5.8），低温加热至溶解完全，冷却至室温，移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含5 mg氧化铈。

5.29 混合稀土氧化物标准溶液：分别移取标准贮存溶液（5.13~5.28）各5.00 mL于250 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含镧、铈、镨、钆、钇、铈、镉、钽、铪、铟、镱、镱、镱和铈各单一稀土氧化物分别为100 µg。

5.30 氧化锆基体标准贮存溶液：称取3.7020 g金属锆 [ $w(\text{Zr}) \geq 99.99\%$ ]，置于500 mL烧杯中，加入300 mL硫酸（5.7），高温加热至溶解完全，冷却至室温，移入500 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含10 mg氧化锆。

## 6 仪器设备

6.1 分析天平，分度值 0.1 mg。

6.2 高温炉：工作温度上限不低于 900 °C。

6.3 干燥箱：工作温度上限不低于 110 °C。

6.4 坩埚（铂坩埚或瓷坩埚），30 mL。

6.5 电感耦合等离子体发射光谱仪。在仪器最佳工作条件下，凡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要求。

——测定元素的推荐分析谱线波长见表 1。

表 1 推荐分析谱线波长

单位：纳米

| 元素 | 波长      | 元素 | 波长      |
|----|---------|----|---------|
| La | 333.749 | Dy | 353.171 |
| Ce | 446.021 | Ho | 341.644 |
| Pr | 410.072 | Er | 390.631 |
| Nd | 406.108 | Tm | 313.125 |
| Sm | 359.259 | Yb | 369.419 |
| Eu | 397.197 | Lu | 261.541 |
| Gd | 342.246 | Y  | 377.433 |
| Tb | 367.636 | Sc | 361.383 |

## 7 样品

7.1 样品应制备成粉末状，粒径不大于 0.15 mm。

7.2 样品于 105 °C~110°C 干燥箱内干燥 1 h，取出置于干燥器中，冷却至室温，立即称量。

## 8 试验步骤

### 8.1 试料

按表 2 称取样品，精确至 0.0001 g。

表 2 试料量

| 氧化锆和氧化钪含量/%     | 试料/g |
|-----------------|------|
| 24.00 ~ 60.00   | 0.20 |
| > 60.00 ~ 96.00 | 0.10 |

### 8.2 平行试验

平行做两份试验。

### 8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

### 8.4 测定

#### 8.4.1 试料的溶解

##### 8.4.1.1 氧化钇稳定氧化锆（或复合钇锆陶瓷粉）、铈锆复合氧化物、锆酸钪试料溶解

将试料（8.1）置于 400 mL 烧杯中，沿杯壁加入少量水，缓慢加入约 4 g 硫酸铵（5.1）、20 mL 硫酸（5.7）、2 mL 过氧化氢（5.5），盖上表面皿，小心摇散试料。于电热板上低温加热至刚冒硫酸烟，升温至 350 °C，使硫酸烟回流，直至试样溶解清亮后，取下，冷却至室温。用水洗杯壁和表面皿，吹水至溶液体积为 100 mL，摇动至盐类溶清。若样品有不溶残渣，用慢速定量滤纸过滤，滤液接收于 400 mL 烧杯中，用硫酸洗液（5.9）洗涤烧杯 3 次，滤纸 10 次。

##### 8.4.1.2 钪稳定氧化锆试料溶解

将试料（8.1）置于 300 mL 聚四氟乙烯烧杯中，沿杯壁加入少量水，缓慢加入 10 mL 氢氟酸（5.2）和 10 mL 硫酸（5.7），盖上盖子。于电热板上低温加热 30 min 后，升温至 250 °C，加热冒烟直至近干。加入 2 mL 硫酸（5.7）、2 mL 过氧化氢（5.5）溶解盐类，将溶液转移至 400 mL 烧杯中。若样品有不溶残渣，用慢速定量滤纸过滤，滤液接收于 400 mL 烧杯中，用硫酸洗液（5.9）洗涤烧杯 3 次，滤纸 10 次。

#### 8.4.2 沉淀分离

8.4.2.1 将试液（8.4.1.1 或 8.4.1.2）体积保持至约 100 mL，缓慢滴加氨水至沉淀不再增多，再加入 10 mL 氨水（5.6）和 1 mL 过氧化氢（5.5），加热至沸。取下，用中速定量滤纸过滤。用热氨水洗液（5.10）洗涤烧杯 2 次~3 次，洗涤滤纸及沉淀 6 次~7 次，弃去滤液。

8.4.2.2 将沉淀及滤纸放入原烧杯中，加入 30 mL 盐酸（5.4），加热溶解沉淀并捣碎滤纸。用水稀释至 100 mL，加热至沸，取下。加入 50 mL 苦杏仁酸溶液（5.11），70°C 水浴保温 2 小时或室温放置过夜。

#### 8.4.3 过滤灼烧

8.4.3.1 用慢速定量滤纸过滤，用苦杏仁酸洗液（5.12）洗涤烧杯 3 次~4 次，用小块滤纸擦拭烧杯，将沉淀全部转移至滤纸上，洗涤沉淀和滤纸 8 次~10 次。弃去滤液。

8.4.3.2 将沉淀连同滤纸置于已于 900 °C 灼烧至质量恒定的坩埚中，低温加热，将沉淀和滤纸灰化。于 900 °C 高温炉中灼烧 1 h。将坩埚及烧成物置于干燥器中，冷却至室温，称其质量。

8.4.3.3 重复 8.4.3.2 操作，直至坩埚连同烧成物的质量恒定。

#### 8.4.4 沉淀中夹杂稀土氧化物的测定

##### 8.4.4.1 试液制备

将坩埚（8.4.3.3）中沉淀全部转移至 150 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 10 mL 硝酸（5.3）和 5 mL 氢氟酸（5.2），低温溶解沉淀，加入 10 mL 硫酸（5.7）冒烟至试液溶解清亮。取下，冷却至室温。将溶液转移到 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

##### 8.4.4.2 系列标准溶液配制

移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL 混合稀土氧化物标准溶液（5.29）于一组 100 mL 容量瓶中，加入 8.00 mL 氧化锆基体标准贮存溶液（5.30），5 mL 硫酸（5.7），用水稀释至刻度，混匀。

##### 8.4.4.3 工作曲线的绘制

在选定的仪器工作条件下，采用电感耦合等离子体发射光谱仪测定系列标准溶液（8.4.4.2）。以待测元素发射强度为纵坐标，系列标准溶液质量浓度为横坐标，绘制工作曲线，线性相关系数应 $\geq 0.9995$ 。

##### 8.4.4.4 试液测定

在相同的仪器工作条件下，依次测定空白试液（8.3）和分析试液（8.4.4.1）中待测元素的发射强度，从工作曲线上查得待测元素氧化物的质量浓度。

### 9 试验数据处理

#### 9.1 沉淀中夹杂的稀土氧化物含量的计算：

沉淀中夹杂的稀土氧化物含量以质量分数  $w_{REO}$  计，数值以质量百分数表示，按公式（1）计算：

$$w_{REO} = \sum \frac{(\rho_1 - \rho_0) \cdot V \times 10^{-6}}{m_0} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

$\rho_1$ ——从工作曲线上查得试液（8.4.4.1）中单一稀土氧化物的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

$\rho_0$ ——从工作曲线上查得空白试液（8.3）中稀土氧化物的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

$V$ ——减杂试液（8.4.4.1）的测试体积，单位为毫升（mL）；

$m_0$ ——试料的质量，单位为克（g）；

各单一稀土氧化物含量小于 0.01% 时，以零计。计算结果保留 2 位有效数字。数值修约按照 GB/T 8170 规定执行。

#### 9.2 氧化锆和氧化钪含量的计算：

氧化锆和氧化钪含量以质量分数  $w$  计，数值以质量百分数表示，按公式（2）计算：

$$w = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m_0} \times 100\% - w_{REO} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$m_1$ ——氧化锆和氧化钪沉淀与坩埚的质量，单位为克（g）；

$m_2$ ——空坩埚的质量，单位为克（g）；

$m_3$ ——随同试料空白和坩埚的质量，单位为克（g）；

$m_4$ ——随同试料空白的空坩埚的质量，单位为克（g）；

$m_0$ ——试料的质量，单位为克（g）；

$w_{REO}$ ——沉淀中夹杂的稀土氧化物含量，单位为百分之（%）。

两次平行测定结果的绝对差值不大于表 3 中相应重复性限时，取其平均值作为测定结果，计算结果表示到小数点后 2 位。数值修约按照 GB/T 8170 规定执行。

## 10 精密度

精密度数据是在 2025 年，由 6 家实验室对 9 个不同水平样品进行协同试验确定的。每个实验室对每个水平样品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。

统计结果表明，氧化锆和氧化钪含量的平均值（ $w$ ）与其重复性限（ $r$ ）和再现性限（ $R$ ）呈线性关系。函数关系计算结果见表 3。协同试验的详细结果见附录 A。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%。在再现性条件下获得的两次独立测试结果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%。

表 3 精密度

| 氧化锆和氧化钪含量的平均值（ $w$ ）<br>% | 重复性限（ $r$ ）<br>%       | 再现性限（ $R$ ）<br>%       |
|---------------------------|------------------------|------------------------|
| 24.00 ~96.00              | $r = 0.0030w + 0.2233$ | $R = 0.0056w + 0.2488$ |

## 11 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- 试验对象；
- 本文件编号；
- 所使用的方法；
- 分析结果及其表示；
- 与基本试验步骤的差异；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期。

附录A  
(资料性)  
协同试验做得详细结果

协同试验做得详细结果见表 A.1。

表 A.1 协同试验做得详细结果

| 序号 | 氧化锆和氧化钨含量的平均值 (w)<br>% | 重复性限 ( <i>r</i> )<br>% | 再现性限 ( <i>R</i> )<br>% |
|----|------------------------|------------------------|------------------------|
| 1  | 24.50                  | 0.29                   | 0.34                   |
| 2  | 29.50                  | 0.31                   | 0.50                   |
| 3  | 45.21                  | 0.35                   | 0.48                   |
| 4  | 48.13                  | 0.38                   | 0.52                   |
| 5  | 67.22                  | 0.44                   | 0.59                   |
| 6  | 79.81                  | 0.46                   | 0.68                   |
| 7  | 86.44                  | 0.47                   | 0.76                   |
| 8  | 91.65                  | 0.50                   | 0.76                   |
| 9  | 94.03                  | 0.50                   | 0.80                   |

