

行业标准

《粗硫酸锂》

编制说明

(讨论稿)

广西华友锂业有限公司

2026 年 9 月

一、工作简况

1 任务来源

【编制依据】：认真贯彻落实国务院《深化标准化工作改革方案》，进一步解决现阶段行业中标准缺失的问题，提升标准技术水平，实现标准的指导作用。根据工业和信息化部发布的《工业和信息化部办公厅关于印发 2026 年第二批行业标准制修订和英文版项目计划的通知》（工信厅科函〔2026〕192 号）的要求，有色金属行业标准《粗硫酸锂》制定项目由全国有色金属标准化技术委员会稀有金属分技术委员会负责归口，项目计划编号为 2026-0227T-YS；由广西华友锂业有限公司负责起草，项目周期为 12 个月，完成年限为 2027 年 4 月。

2 标准制定的必要性

锂作为稀有金属，因其特殊的物理化学性质，广泛应用于电池、陶瓷、玻璃、润滑剂、制冷液、核工业以及光电等行业。锂是新能源产业的关键原材料，随着新能源产业快速发展，上游锂资源的产需量持续增长。2019-2024 年，我国碳酸锂表观消费量从 17.5 万吨上升至 85 万吨，复合平均增速达到近 37%。但长期以来，我国锂资源对外依存度较高、进口量占比大，2024 年我国进口锂精矿约 525 万吨，同比增长约 31%。随着锂在新兴产业中重要性的逐渐凸显，欧盟、美国、日本、中国等国家均将锂作为战略性关键矿产进行管控，而玻利维亚、阿根廷、智利、津巴布韦等锂资源大国对锂资源的开发利用控制越来越严苛。因此，为保障战略性锂资源稳定供应，稳定战略性新兴产业健康发展，建立安全且具有韧性的锂资源供应链体系具有重要意义。

津巴布韦作为“一带一路”沿线国家，同时作为新兴的锂资源大国，已成为众多新能源企业重要的投资地。国内中矿资源、华友钴业、盛新锂能、雅化集团等企业已抢先布局津巴布韦锂矿市场。津巴布韦 2024 年供应了中国约 14% 的锂进口量。为推动本土矿业加工发展，2025 年 6 月 10 日津巴布韦政府宣布从 2027 年 1 月起禁止锂精矿出口，但允许硫酸锂出口，并呼吁更多矿业企业到津巴布韦投资建设锂硫酸盐工厂。粗硫酸锂是以锂精矿为原料，主要经过酸化焙烧提锂得到一种锂冶炼中间品，可以精炼成电池级材料，例如用于电池制造的氢氧化锂或碳酸锂。目前国内粗硫酸锂主要从智利进口，2024 年 1 月~11 月进口量超过 6.2 万吨（3.1 万吨 LCE）。随着津巴布韦 ATZ 等项目投产，未来粗硫酸锂产需量及进口量将持续增长。

行业发展，标准先行，通过制定标准，规范统一粗硫酸锂理化指标，可有效促进锂冶炼中间品的进口贸易，满足国内锂电行业对于锂资源的旺盛需求，有助于保障我国锂战略资源稳定供应。经查询资料可知，我国尚无相应的粗硫酸锂的国家或行业标准，行业内也无规范统一的粗硫酸锂的指标要求，为促进锂冶炼中间品进口贸易，急需制定粗硫酸锂标准。

本项目符合工信部联电子〔2025〕7 号《新型储能制造业高质量发展行动方案》中“（六）加强资源保障利用”中“指导国内企业多元、有序、协同布局海外资源项目，降低资源开发运输成本。在防范风险前提下，支持企业加强对外投资合作，提升海外矿产开发供给能力”要求；符合工信部联规〔2021〕212 号《“十四五”原材料工业发展规划》中“（一）提高资源保障能力”中“拓展多元化资源供给渠道”要求。

3 项目编制组单位情况

3.1 编制组成员情况

广西华友锂业有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、中矿资源集团股份有限公司、江西赣锋锂业集团股份有限公司、四川雅化实业集团股份有限公司、江西九岭锂业股份有限公司、盛新锂能集团股份有限公司、天齐锂业股份有限公司、中伟新材料股份有限公司、衢州华友资源再生科技有限公司

3.2 单位简介

3.2.1 广西华友锂业有限公司

广西华友锂业有限公司，是浙江华友钴业股份有限公司（A股上市公司）全资子公司，注册资金15亿元人民币，是国内单体产能最大的锂盐生产线。公司以华友自有津巴布韦 Arcadia 锂矿为原料，是国内极少数原料100%自给的一体化提锂企业，依据成熟可靠的硫酸法生产工艺，采用转型一酸化焙烧一调浆浸出一净化浓缩一沉锂工艺生产电池级碳酸锂，年产能11万吨，具有高性能、低成本的优势，已荣获“智能工厂”、“绿色工厂”等多项荣誉。

3.2.2 紫金矿业集团股份有限公司

紫金矿业集团股份有限公司是一家在全球范围内从事金属矿产资源勘查和开发为主、上海A股和香港H股两地整体上市的大型跨国矿业集团。目前已在国内17个省（区）和海外17个国家拥有超过30个重要矿业基地。公司铜、金、锌、钼、锂资源量分别位居全球第3、第5、第4、第3和第10位，其中50%以上资源为自主勘查获得。目前公司拥有藏格矿业、阿根廷3Q盐湖锂矿、西藏拉果错盐湖锂矿、湖南道县湘源硬岩锂多金属矿，并主导开发刚果（金）马诺诺锂矿东北部项目。公司储备资源量当量碳酸锂1,883万吨，锂资源量位居全球第10位。公司旗下福建紫金矿冶测试技术有限公司通过CNAS实验室认可和CMA资质认定，具备锂辉石、锂云母精矿等检测能力，参与了碳酸锂、卤水等国家行业检测标准的制定。

3.2.3 江西赣锋锂业集团股份有限公司

江西赣锋锂业集团股份有限公司是世界领先的锂生态企业，业务贯穿上游锂资源开发、中游锂盐产品深加工及金属锂冶炼、下游锂电池制造及废旧电池综合回收利用等价值链的各重要环节，产品被广泛应用于电动汽车、储能、3C产品、化学品及制药等领域。已分别于2010年、2018年在A股及H股上市。

企业锂矿资源遍布阿根廷、澳大利亚、墨西哥、马里、爱尔兰、中国江西、青海、内蒙古、湖南等多个国家及地区，同时拥有“卤水提锂”、“矿石提锂”和“回收提锂”产业化技术；公司是全球最大的金属锂生产商，国内最大的锂盐供应商，拥有10.6万吨的氢氧化锂年产能、8.1万吨的碳酸锂年产能、3150吨的金属锂年产能，并规划于2030年前形成总计年产不低于60万吨LCE的锂产品供应能力；率先实现固态电池电动车的装车、运营；回收业务入选国家工信部《新能源汽车废旧动力蓄电池综合利用行业规范条件》第二批名单，已形成20万吨退役锂离子电池及金属废料综合回收处理能力，是中国磷酸铁

锂电池及废料回收能力最大，电池综合处理能力行业前三的电池回收行业头部企业之一。

3.2.4 中矿资源集团股份有限公司

中矿资源（江西）锂业有限公司依托原江西东鹏新材料春鹏锂业公司重组并更名，为中矿资源集团股份有限公司（中矿资源，002738.SZ）全资子公司。公司整合原东鹏新材的锂盐研发能力和春鹏锂业的规模化锂盐生产线，形成“技术+资源+产能”一体化架构，依托中矿资源的海外矿山资源保障锂精矿自给。公司以科技创新为核心驱动力，致力于为全球新能源产业提供高品质锂盐产品，是新余锂电产业园重点骨干企业，为国家认证的高新技术企业，主攻电池级碳酸锂、氢氧化锂等高纯锂盐的研发与生产，率先实现透锂长石提锂的产业化，开发高纯度电池级碳酸锂（微粉）、氢氧化锂（多种粒径规格）等锂盐产品，稳定性和一致性获市场高度认可。公司拥有 6 万吨锂盐生产线，是国内锂电正极材料领域的新贵力量，拥有氢氧化锂、磷酸二氢锂多项相关授权发明专利，参与制/修订国家/行业相关标准十多项，拥有锂盐及铯盐生产相关系列核心工艺。

3.2.5 盛新锂能集团股份有限公司

盛新锂能集团股份有限公司成立于 1997 年，2008 年在深交所上市（证券代码：002240），注册地位于四川省成都市。目前公司拥有控股子公司 30 多家，公司主要从事锂电新能源材料业务，包括锂矿采选、基础锂盐和金属锂的生产和销售。主要分布在四川、广东、印度尼西亚、阿根廷、津巴布韦、刚果等地。公司已建有六大锂产品生产基地：四川致远锂业有限公司、遂宁盛新锂业有限公司、遂宁盛新锂业科技有限公司、遂宁盛景锂业有限公司、印尼盛拓锂能有限公司、四川盛威锂业有限公司。公司聚焦新能源锂盐材料领域，打造一流产品质量，以锂为世界能源可持续发展作贡献。

3.2.6 四川雅化实业集团股份有限公司

3.2.7 天齐锂业股份有限公司

天齐锂业是全球领先的锂产品供应商，为深圳和香港证券交易所上市企业（SZ.002466 HK 09696），业务包括锂矿资源开发、锂产品加工、锂矿贸易三大板块。在中国四川、重庆、江苏、香港和澳大利亚、智利等地设立生产、资源基地或分支机构，客户遍及全球。公司拥有高品位矿藏资源储备。控股泰利森锂业，其位于澳大利亚西澳的格林布什的锂辉石矿藏为目前全球储量最大、品质最佳的锂辉石矿藏，有超过 25 年的开采生产历史；全资拥有位于四川省甘孜州雅江县措拉锂辉石矿藏，其为目前亚洲品质最优的锂辉石矿藏——甘孜呷基卡超大规模矿藏的一部分；参股国内外禀赋最佳的盐湖锂资源—SQM 西藏日喀则扎布耶盐湖，锂资源量达数百万吨，亦为全球品质最佳盐湖资源之一。

天齐锂业股份有限公司是全球领先的锂产品供应商，公司业务主要集中在四川遂宁射洪、江苏张家港、四川遂宁安居、重庆铜梁、澳大利亚奎纳纳等生产基地，目前其中电池级磷酸二氢锂产能主要在遂宁射洪。公司在“共创锂想”的企业愿景下，矢志追求技术领先，不断探索新技术与产业化应用并取得了如下丰硕成果：牵头及参与制修订 10 余项国际标准；牵头及参与制修订 70 余项国家和行业标准；承担 2 项国家火炬计划项目；设立省级企业技术中心和省级产学研联盟；拥有包括 45 项发明专利在内的

各项专利 117 项，其中“硫酸锂溶液生产低镁电池级碳酸锂的方法”荣获国家专利金奖；先后荣获 3 项国家重点新产品、1 项省高新技术创新产品、3 项省级科技成果，并 2 次荣膺四川省科技进步奖等殊荣；先后获得国家高新技术企业、国家镁锂新材料高新技术产业化基地、四川省博士后创新实践基地、省创新型试点企业和省知识产权优势培育企业等。

3.2.8 江西九岭锂业股份有限公司

江西九岭锂业股份有限公司是一家全球领先的锂云母提锂及综合化高值利用企业。公司在江西省宜春和非洲拥有多座含锂矿山，共布局了年产九万吨电池级碳酸锂生产线，是中国电池级碳酸锂实际产能最大的生产商之一。多年来，九岭锂业深耕于含锂瓷土矿的综合利用研究与开发，生产高白低铁长石粉的同时，能够分离锂、硅、钾、钠、钽、铌、锡、铷、铯等 9 种有价值元素。此外九岭锂业致力于资源全闭环的循环利用，实现了尾泥，尾矿，尾渣全闭环加工利用的绿色产业化发展。

3.2.9 中伟新材料股份有限公司

中伟新材料股份有限公司（中伟股份 300919.SZ）成立于 2014 年 9 月，是湖南中伟控股集团有限公司旗下控股子公司、上市主体，公司被认定为国家企业技术中心、国家高新技术企业，获得“国家智能制造”、“绿色制造工厂”等示范项目名称。公司是专业的锂电池新能源材料综合服务商，属于国家战略性新兴产业中的新材料、新能源领域。公司始终以研发创新为核心，持续加大研发投入，沿着高镍低钴化三元前驱体、高电压四氧化三钴、多元化产品、综合循环利用的研发方向，打造多样化、定制化、快速开发与量产的技术服务能力，融入全球产业链，引领行业发展。中伟股份已与国内外数十家知名企业达成战略合作，公司自主开发的高电压四氧化三钴、高镍 NCM、NCA 等核心产品成功跻身中国、欧美、日韩地区世界 500 强企业高端供应链，被广泛应用于 3C 数码领域、动力领域及储能领域。目前，中伟股份已在贵州铜仁、湖南长沙、广西钦州、印尼建立并布局千亩级产业基地，覆盖全国，辐射海外市场。2020 年 12 月 23 日，中伟股份在深圳证券交易所正式挂牌上市，股票代码 300919。未来，中伟股份将始终致力于新能源发展，依托技术、立足品质，源源不断为社会输送绿色能源、肩负起能源循环的社会责任，矢志成为全球最具价值的新能源材料综合服务商。

3.2.10 衢州华友资源再生科技有限公司

衢州华友资源再生科技有限公司（以下简称“公司”）是华友钴业旗下核心业务子公司，成立于 2017 年 4 月 28 日，注册资金 11.38 亿元人民币，是国内较早深耕新能源汽车废旧动力电池全链条循环利用赛道的科技型企业。公司业务覆盖新能源废旧动力电池回收、梯次利用、绿色拆解、关键材料高效再生、有价值金属高值化循环全流程，是华友体系内退役电池利用业务的核心承载载体。锚定“绿色低碳、循环发展”核心发展主线，公司先后获评国家级绿色工厂、工业产品绿色设计示范企业国家级荣誉，以及浙江省绿色低碳工厂、浙江省节水型企业，浙江省第一批固废资源综合利用骨干企业等省级荣誉。2022 年通过 SGSPAS 2060 碳中和认证，成为全球首家资源再生领域的“零碳”工厂。

3.3 主要起草人员所负责的工作情况

起草人	单位	工作职责
-----	----	------

[illegible]

本标准中附录 A 为硫酸锂含量的测定（规范性），附录 B 为电感耦合等离子体原子发射光谱法测定杂质元素（规范性）。关于粗硫酸锂主含量&杂质测试验证，其中华友锂业、紫金矿业、中矿资源、赣锋锂业 4 家单位作为一验单位，其余参编单位及中矿岩矿作为二验单位，具体分工见下表。

粗硫酸锂主含量&杂质测试验证							
序号	单位	主含量			杂质		
		起草	一验	二验	起草	一验	二验
1	紫金	√				√	
2	华友		√		√		
3	中矿		√			√	
4	赣锋		√			√	
5	九岭			√			√
6	雅化			√			√
7	盛新			√			√
8	天齐			√			√
9	中伟	/					√
10	中矿岩矿			√			√

4 编制组工作过程

4.1 预研阶段

编制组牵头起草单位根据自身生产经营及行业发展需要,在内部研究论证的基础上提出制定项目建议,并展开了以下预研阶段工作:①标准立项查新工作。查阅了大量相关资料,确定本项目具有创新性,与其相关的标准有较多的不同点;②行业市场调研工作。与同行业相关企业(包括但不限于本编制组成员单位)进行沟通交流,收集了相关企业的数据,确定本项目能够满足行业发展需求。③项目草案编制工作。结合相关企业的数据,并查阅相关资料,编制本项目草案。

4.2 立项阶段

2025 年 10 月，广西华友锂业有限公司向稀有分标委会提交了中国有色金属行业标准《粗硫酸锂》制定项目建议书、标准草案和标准立项可研性报告等材料，我司代表在杭州有色年会上进行了立项论证汇报，经全体委员会议论证结论为同意该行业标准立项，并报送至中国工业和信息化部。2026 年 X 月，工业和信息化部办公厅下达《关于印发 2026 年第二批行业标准制修订和英文版项目计划的通知 工信厅科函〔2026〕192 号》，《粗硫酸锂》行业标准被列入标准计划项目，项目计划编号 2026-0227T-YS。

4.3 起草阶段

4.4.1 第一次工作组会议

2026 年 9 月 XX 日于湖南长沙开展第一次工作组会议，对草案进行了讨论。会上的结论为：

4.4 征求意见阶段

4.5 审查阶段

4.5.1 技术专家审查

4.5.2 委员审查

4.6 报批阶段

二、标准的编制原则和主要内容

1 编制原则

1.1 本文件的制定工作遵循“统一性、协调性、适用性、一致性、规范性”的原则，本着先进性、科学性、合理性和可操作性的原则，按照 GB/T 1.1-2020 给出的规则编写。

1.2 编制《粗硫酸锂》行标要以满足市场需求为指导，应有利于粗硫酸锂的国际、国内贸易，同时也可以起到规范和引导粗硫酸锂的生产及消费。

1.3 本文件的编制应充分考虑生产企业的产品质量和相关单位的意见，同时要确保用户的需求，为粗硫酸锂使用企业提供满意原料。

1.4 新编制的文件应更加科学合理、切实可行、具有可操作性，同时促进钴冶炼企业综合利用水平的提高，满足相关法律法规要求。

2 标准主要内容

本文件规定了粗硫酸锂的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存、随行文件及订货单内容。

本文件适用于以锂辉石、锂云母等矿产原料生产的粗硫酸锂产品，主要用于制备电池级碳酸锂、氢氧化锂产品。

三、标准主要内容依据

1 粗硫酸锂调研情况

1.1 生产规模

在双碳目标引领下，我国新能源产业发展迅猛，已成为全球最大的锂盐生产国和消费国，带动上游锂资源的需求旺盛。尽管我国锂资源量位于世界前列，资源品种相对丰富，但是相对于我国锂盐生产能力，国内锂原料供应不足，对外依存度较高，57.5%左右的锂原料需要进口。根据中国有色金属工业协会锂业分会披露的数据，2025 年我国进口锂精矿约 775.1 万吨，同比增长约 39.4%，其中从津巴布韦进口 120.4 万吨，占进口总量的 15.5%，津巴布韦是我国第二大锂矿进口来源国。随着玻利维亚、阿根廷、智利、津巴布韦等锂资源大国对锂资源的开发利用控制越来越严苛，例如津巴布韦“禁止锂精矿出口，允许硫酸锂出口（原计划 2027 年正式禁止锂精矿出口，但 2026 年 2 月提前实施即时禁令）”政策，以锂辉石等矿产原料生产的粗硫酸锂产品，成为避免受锂出口国政策限制，缓解澳洲锂矿依赖性，并稳定我国战略性锂资源供应的重要锂进口原料。

目前国内粗硫酸锂主要从智利、津巴布韦等进口，数据显示，2026 年 1-6 月，中国累计进口硫酸锂 8.45 万吨，同比大增 96%。随着津巴布韦锂精矿禁止出口政策的提前发布实施，国内企业在海外锂矿投资，也从单纯买矿快速升级为“采—选—冶”一体化全产业链布局，粗硫酸锂产能建设加速落地。如表 1，粗硫酸锂已建/在建规划产能超过 50 万吨。

表 1 粗硫酸锂产能调研

企业	项目	粗硫酸锂产能及规划
A 企业	Arcadia 锂矿	5 万吨/年（在产）
B 企业	Bikita 锂矿	10 万吨/年
C 企业	Kamativi 锂矿	7.5 万吨/年
D 企业	Manono 锂矿	1 万吨/年，规划扩建至 19 万吨/年
E 企业	/	15 万吨/年

1.2 生产工艺

粗硫酸锂生产工艺简介：主要以锂辉石、透锂长石为原料，经过焙烧转型，使 α 锂辉石转变成 β 锂辉石，提高反应活性；转型矿冷却后经球磨、硫酸化焙烧得到可溶性粗硫酸锂酸熟料；酸熟料冷却后制浆，制浆反应后经浸出、除钙镁后除去钙镁等杂质；硫酸锂净液经蒸发浓缩、冷却结晶及离心分离过程得到硫酸锂湿料，湿料经烘干得到粗硫酸锂产品（无水粗硫酸锂或一水粗硫酸锂）。典型生产工艺流程如图 1。



图1 粗硫酸锂的生产工艺流程

1.3 产品质量

粗硫酸锂产品检测结果如表 1，产品按照含水状态可分为一水粗硫酸锂和无水粗硫酸锂两类，主含量在 48%~98%范围内，杂质主要包括 Na、K、Ca、Mg、F、Cl⁻、B。

表1 粗硫酸锂检测结果

项目	A 企业（无水）		B 企业（无水）						C 企业（一水）								D 企业（一水）	E 企业（无水）									
	样品 1	样品 2	样品 1	样品 2	样品 3	样品 4	样品 5	样品 6	样品 1	样品 2	样品 3	样品 4	样品 5	样品 6	样品 7	样品 8	建议	样品 1	样品 2	样品 3	样品 4	样品 5	样品 6	样品 7	样品 8	样品 9	样品 10
Li ₂ SO ₄	92.77	92.43	97.83	97.32	97.5	97.89	97.92	97.83	72.07	70.73	76.67	77.46	75.56	76.27	76.98	83.174	≥80	61.03	70.77	58	49.74	51.8	55.6	52.17	53.58	51.19	59.86
Na	1.96	2.22	0.47	0.37	0.39	0.28	0.39	0.37	4.17	4.68	1.35	1.01	2.1	1.66	1.5	0.706	≤0.016	7.72	6.02	7.36	6.07	7.82	8.12	8.1	6.09	8.85	5.75
Mg	<0.01		0.0002	0.0005	0.0004	0.0003	0.0002	0.0002	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	1	≤0.00002	0.00047	0.00033	0.00011	0.00061	0.00035	0.00013	0.00039	0.00077	0.00004	0.0001
Ca	0.023	0.029	0.0024	0.0027	0.0021	0.0021	0.0009	0.0011	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.0001	0.105	≤0.01	0.00078	0.005	0.00048	0.00062	0.00046	0.00048	0.00051	0.00078	0.00021	0.0004
K	0.27	0.23	0.63	0.72	0.54	0.56	0.45	0.46	0.32	0.3	0.35	0.37	0.38	0.43	0.43	0.861	≤0.40	9.31	5.42	10.99	8.33	14.6	10.06	13.8	9	13.38	8.54
Cl ⁻	/	/	0.0002	0.0002	0.0002	0.0003	0.0002	0.0002	/	/	/	/	/	/	/	0.0034	≤0.039	0.34	0.063	0.19	0.24	0.11	0.27	0.11	0.24	0.11	0.084
F	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	0.7431	≤0.016	0.012	0.095	0.007	0.009	0.011	0.01	0.01	0.008	0.014	0.004
Pb	/	/	0.0006	0.0008	0.0007	0.0005	0.0005	0.0004	/	/	/	/	/	/	/	0.00015	≤0.00001	未检出		0.00002		未检出		0.00002		未检出	
As	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	0.0017	0	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/
Cd	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	未检出	≤0.00004	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/
Cr	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	0.00005	≤0.00002	未检出									
Fe	0.015	0.014	/	/	/	/	/	/	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.0001	0.0047	≤0.00004	0.00019	0.0001	0.0001	0.0025	0.0005	0.0001	0.0007	0.003	0.00007	未检出
Mn	/	/	/	/	/	/	/	/	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.00007	≤0.00004	未检出									
B	/	/	/	/	/	/	/	/	0.00045	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	/	≤0.002	0.0001	0.00033	0.0001	0.0001	0.00007	0.00005	0.00008	0.00003	0.0002	0.00006
PO ₄ ³⁻	/	/	/	/	/	/	/	/	<0.0001	<0.0001	0.00048	<0.0001	0.0006	0.00059	<0.0001	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/
Li	/	/	/	/	/	/	/	/	9.1	8.93	9.68	9.78	9.54	9.63	9.72	10.5	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/
CO ₃ ²⁻	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	≤1.08	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/
Al	0.038	0.048	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/
水分含量	/	/	0.98	1.42	1.45	1.22	1.21	1.29	7.74	10.25	10.45	11.78	9.89	11.54	11.18	/	≤10	0.32	0.44	0.1	0.07	0.1	0.11	0.09	0.98	0.08	1.35
产品外观	粉状	粉状	白色晶体						白色粉末，无可视夹杂物								白色粉末										

2 主要技术指标制定依据

由于没有可以直接参考的与粗硫酸锂对应的国家标准或行业标准，粗硫酸锂主要技术指标结合添加原理、实际生产情况及下游企业需求，考虑其限定的指标。

2.1 主含量的确定

为保障锂资源进口需求，维护市场公平交易，基于粗硫酸锂的生产实际，按其硫酸锂含量设定三个品级，分别为：一级品、二级品、三级品。其中一级品、二级品、三级品的 Li_2SO_4 含量分别 $\geq 90\%$ 、 $\geq 60\%$ 、 $\geq 45\%$ 。

2.2 杂质元素及含量的确定

2.2.1 杂质元素种类的确定

为保障下游加工稳定性、提升资源回收经济性、确保产品合规性以及规避环保风险，需要控制粗硫酸锂中杂质含量。如表 1 所示，粗硫酸锂产品中杂质元素主要包括 Na、K、Ca、Mg、F、Cl⁻、B 等。

如表 2，粗硫酸锂相关标准有 YS/T 261-2011《锂辉石精矿》、YS/T 236-2009《锂云母精矿》、YS/T 1241-2018《硫酸锂》、YS/T 1552-2022《粗碳酸锂》、GB/T 11075-2013《碳酸锂》、YS/T 582-2023《电池级碳酸锂》。其中 Na、K、Ca、Mg、Fe 杂质元素是共性杂质指标，在原料端和产品端均进行了限定。粗硫酸锂杂质元素种类分析如下：

1、鉴于粗硫酸锂主要来源于锂辉石、锂云母等矿产原料，用作碳酸锂生产原料，结合原料特性、产品生产现状、下游客户需求，参考 YS/T 261-2011《锂辉石精矿》、YS/T 236-2009《锂云母精矿》等原料端标准，以及 YS/T 582-2023《电池级碳酸锂》、GB/T 11075-2013《碳酸锂》等产品标准，拟对粗硫酸锂中 Na、K、Ca、Mg、Fe、Cl⁻杂质元素进行限定；

2、鉴于粗硫酸锂是锂辉石、锂云母等矿产原料的冶炼中间品，涉及进口贸易及合规性检测，需要关注相关环保指标，参考 GB/T 20424-2025《重有色金属精矿产品中有害元素的限量规范》、GB/T 45056-2024《再生锂原料》，拟对粗硫酸锂中 Pb、As、Cd、Cr、F 杂质元素进行限定。

综上，拟对粗硫酸锂中 Na、K、Ca、Mg、Fe、Cl⁻、Pb、As、Cd、Cr、F 杂质元素进行限定。

表 2 相关标准限定指标

序号	类别	标准	适用范围	杂质指标
1	原料端	YS/T 261-2011 锂辉石精矿	适用于采用各种选矿方法富集而获得的锂辉石精矿	Fe_2O_3 、 MnO 、 MgO 、 $\text{Na}_2\text{O}+\text{K}_2\text{O}$ 、 P_2O_5
2		YS/T 236-2009 锂云母精矿	适用于经选矿富集而获得的锂云母精矿	$\text{Na}_2\text{O}+\text{K}_2\text{O}$ 、 Fe_2O_3 、 Al_2O_3
3	中间品	YS/T 1552-2022 粗碳酸锂	适用于含锂矿物、锂离子电池废料及其他含锂物料加工或回收得到的粗碳酸锂	Na、Fe、Ca、Mg、P、F、As、Cd、Pb、 SO_4^{2-} 、Cl ⁻ 、酸不溶物
4	产品	GB/T 11075-2013 碳酸锂	以锂矿石或卤水为原料生产的碳酸锂	Na、Fe、Ca、 SO_4^{2-} 、Cl ⁻ 、盐酸不溶物、Mg
5		YS/T 582-2023 电池级碳酸锂	适用于以各种方法生产的电池级碳酸锂	Na、Mg、Ca、K、Fe、Zn、Cu、Pb、Si、

		锂	酸锂	Al、Mn、Ni、B、 SO_4^{2-} 、Cl ⁻
6	副产品	YS/T 1241-2018 硫酸锂	适用于以湿法制备磷酸铁锂过程中产生的固体副产品硫酸锂	Na、K、Ca、Mg、Fe、 PO_4^{3-} 、Cl ⁻ 、Pb、盐酸不溶物

2.2.2 杂质元素限值的确定

我国锂资源对外依存度高，2025 年锂资源对外依存度仍高达 60%，进口来源高度集中。为更好地适应海外资源国限制原矿出口的新形势，构建多元化、安全的资源保障体系，促进粗硫酸锂进口，结合粗硫酸锂产品调研数据（表 1）、趋势和下游客户需求，以及 YS/T 1552-2022《粗碳酸锂》等标准的指标要求，拟定指标值如表 3 所示：

表 3 粗硫酸锂拟定指标值

项目		指标		
品级		一级品	二级品	三级品
主元素，质量分数%	Li_2SO_4	≥ 90	≥ 60	≥ 45
杂质元素，质量分数%	Na	≤ 2.0	≤ 7.5	≤ 9.0
	K	≤ 1.0	≤ 9.0	≤ 15.0
	Mg	≤ 0.10	≤ 1.00	≤ 1.50
	Ca	≤ 0.05	≤ 0.10	≤ 0.20
	Fe	≤ 0.01	≤ 0.05	≤ 0.10
	Cl ⁻	≤ 0.10	≤ 0.30	≤ 0.50
	F	≤ 0.01	≤ 0.10	≤ 0.50
	Pb	≤ 0.001		
	As	≤ 0.001		
	Cr	≤ 0.001		
	Cd	≤ 0.001		

说明：粗硫酸锂主要原料包括锂辉石、锂云母、锂盐湖，由于各生产企业的原料来源、产业布局、生产工艺、技术水平等差异，生产指标差异较大。其中 Li_2SO_4 、Na、K、Mg、Ca、Fe、Cl⁻ 等常规指标，主要依据实际生产数据来分级制定；其中 F 指标，涉及环保，主要参考 GB/T 45056-2024《再生锂原料》（F 含量不大于 0.5%）、YS/T 1552-2022《粗碳酸锂》（F 含量不大于 0.5%、Cl⁻ 含量不大于 0.5%）来分级制定；其中 Pb、As、Cr、Cd 等环保指标，主要结合实际生产数据，并参考 GB/T 20424-2025《重有色金属精矿产品中有害元素的限量规范》、GB/T 45203-2024《锂离子电池用再生黑粉》等标准来制定。

2.3 水分

根据产品蒸发结晶后干燥状态，粗硫酸锂分为无水粗硫酸锂和一水粗硫酸锂，其中无水粗硫酸锂中水分含量基本在 3% 以下，一水粗硫酸锂中水分含量基本在 13% 以下。考虑下游使用粗硫酸锂制备碳酸锂时，需要经过沉锂、浆洗等湿法工序，水分主要影响运输成本及下游投料（水分高，容易结块）。基于粗硫酸锂产品生产实际数据及含理论测算值（ $\text{Li}_2\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 中水分理论值约 13.95%），拟定无水粗硫酸锂中水分含量不大于 3%，一水粗硫酸锂中水分含量不大于 13%。

2.4 外观质量

根据调研数据，粗硫酸锂中主要杂质包括 K、Na、Mg、Ca，对应硫酸盐均为白色或无色，与硫酸锂颜色类似。如图 1，无水粗硫酸锂产品为白色粉末，一水粗硫酸锂为白色结晶颗粒。拟定产品呈白色粉末或颗粒，目视无结块无可见夹杂物。

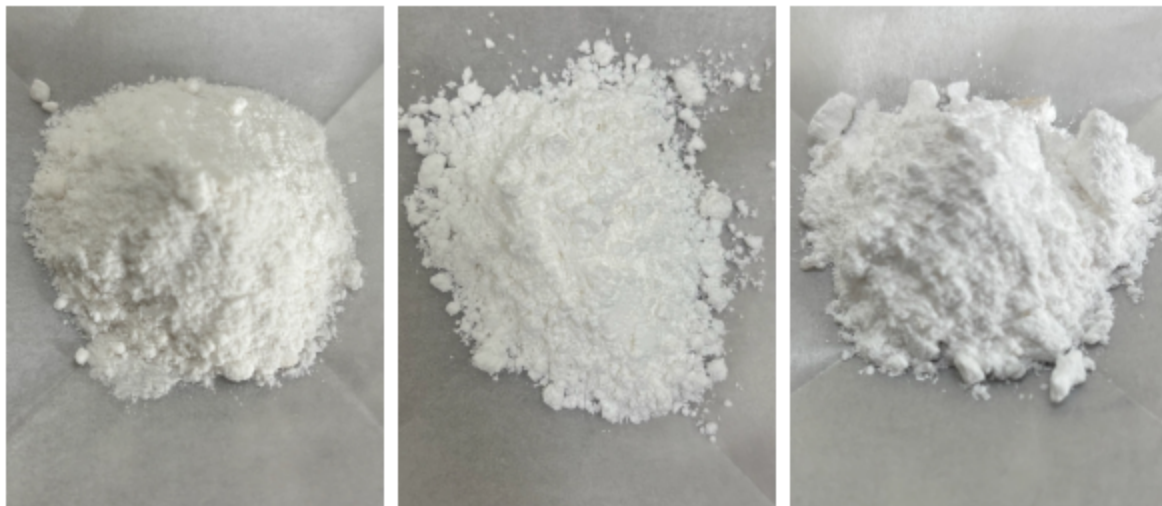


图 1 a) 硫酸锂 50%左右

b) 硫酸锂 83%左右

c) 硫酸锂 95%左右

3 分析方法的确定

3.1 化学成分

3.1.1 产品中硫酸锂含量的测定按照附录 A 的规定执行。

3.1.2 产品中钾、钠、钙、镁、铁、铅、铬、镉、砷含量的测定按照附录 B 的规定执行。

3.1.3 产品中氟离子、氯离子含量的测定按照 YS/T 1593.4《粗碳酸锂化学分析方法 第 4 部分：阴离子含量的测定 离子色谱法》的规定进行。

3.2 水分的测定

GB/T 6284《化工产品中水分测定的通用方法 干燥减量法》规定了水分的测试方法，采用干燥减量法进行测试。结合本文件中水分指标的设置，产品中水分含量按照 GB/T 6284 的规定进行测定。

3.3 外观质量

产品的外观质量用目视法进行检查。

4 检验规则

4.1 检查和验收

4.1.1 产品由供方进行检验，保证产品质量符合本文件及订货单的规定。

4.1.2 需方可对收到的产品按本文件的规定进行检验。如检验结果与本文件及订货单的规定不符时，应在收到产品之日起 30 d 内向供方提出，由供需双方协商解决。如需仲裁，应由供需双方在需方共同取样或协商解决。

4.2 组批

产品应成批提交检验，每批应由同一混合料组成。每批产品净重不超过 50 t。

4.3 检测项目和取样

每批产品出厂前应进行检验，产品的取样项目和取样方法应符合表2的规定。

表2 检验项目

检验项目	出厂检验	抽样检验	要求章节号	试验方法章节号
化学成分	按照 GB/T 5314 的规定取样。每批取样不少于 5kg。		2.1	3.1
水分			2.2	3.2
外观质量	逐袋（桶）		2.3	3.3

4.4 检验结果的判定

4.4.1 检验结果的数值采用GB/T 8170规定进行修约，并采用修约值比较法判定。

4.4.2 化学成分、水分不符合本文件的规定时，应从该批产品中另取双倍数量的试样进行重复试验。重复检验全部合格，判该批产品合格；若重复试验结果仍有不合格项目，判该批产品不合格。

4.4.3 外观质量不符合本文件规定时，判该袋产品不合格。

5、标志、包装、运输、贮存、随行文件及订货单内容

产品的标志、包装、运输、贮存、随行文件及订货单内容符合一般产品要求，参考YS/T 1241-2018《硫酸锂》、YS/T 1552-2022《粗碳酸锂》、YS/T 582-2023《电池级碳酸锂》等标准编制。

四、明确标准中涉及专利的情况

本文件不涉及专利问题。

五、标准预期达到的经济、社会和环境效益等情况

在双碳目标引领下，我国新能源产业发展迅猛，已成为全球最大的锂盐生产国和消费国，带动上游锂资源的需求旺盛。尽管我国锂资源量位于世界前列，资源品种相对丰富，但是相对于我国锂盐生产能力，国内锂原料供应不足，对外依存度较高，57.5%左右的锂原料需要进口。根据中国有色金属工业协会锂业分会披露的数据，2025 年我国进口锂精矿约 775.1 万吨，同比增长约 39.4%，其中从津巴布韦进口 120.4 万吨，占进口总量的 15.5%，津巴布韦是我国第二大锂矿进口来源国。随着玻利维亚、阿根廷、智利、津巴布韦等锂资源大国对锂资源的开发利用控制越来越严苛，例如津巴布韦“禁止锂精矿出口，允许硫酸锂出口（原计划 2027 年正式禁止锂精矿出口，但 2026 年 2 月提前实施即时禁令）”政策，以锂辉石等矿产原料生产的粗硫酸锂产品，成为避免受锂出口国政策限制，缓解澳洲锂矿依赖性，并稳定我国战略性锂资源供应的重要锂进口原料。

《国家标准发展纲要》提出要发挥关键技术标准在产业协同、技术协作中的纽带和驱动作用，实施标准化助力重点产业稳链工程，促进产业链上下游标准有效衔接，提升产业链供应链现代化水平。为适应海外资源国限制原矿出口的新形势，粗硫酸锂成为构建我国多元化、安全的锂资源保障体系的重要锂

原料。制定《粗硫酸锂》行业标准，将为生产、使用、贸易三方提供最基本的技术依据，促进产业链上下游标准有效衔接，保障粗硫酸锂稳定进口及市场流通，规范统一粗硫酸锂产品技术要求，提高产品标准化程度和生产有序化程度，促进生产管理改进、工艺装备升级、产品质量提升、节能减排等，经济效益、社会效益、环境效益显著。

六、采用国际标准和国外先进标准的情况，与国际、国内同类标准水平的对比情况

本文件没有采用国际标准。本文件在制定过程中未检测到同类国际标准。

GB/T 191《包装储运图示标志》、GB/T 5314《粉末冶金用粉末 取样方法》、GB/T 6284《化工产品中水分测定的通用方法 干燥减量法》、GB/T 8170《数值修约规则与极限数值的表示和判定》。

本文件在制定过程中，以企业实际需求为依据，标准客观反映了目前粗硫酸锂的生产及使用现状，其主含量、杂质含量等与 GB/T 45056-2024《再生锂原料》、YS/T 1241-2018《硫酸锂》差异较大。YS/T 1241《硫酸锂》适用于以湿法制备磷酸铁锂过程中产生的固体副产品硫酸锂、GB/T 45056《再生锂原料》适用于回收的锂离子电池废料及其他含锂废料通过加工处理得到的再生锂原料，属于副产/再生类产品，范围均不包括以锂辉石等矿产原料生产的粗硫酸锂产品；此外，YS/T 1241《硫酸锂》中 $\text{Li}_2\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 主含量不小于 97%，GB/T 45056-2024《再生锂原料》中 Li_2SO_4 主含量不小于 80%，主含量及杂质要求与本文件存在极大差异。因此，本项目与上述两个标准所规定的原料来源、适用范围、指标等均存在巨大区别，无直接关联，不存在交叉问题。

本文件填补了国内外相关标准的空白。

七、与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系

本文件不存在与相关法律、法规、规章相抵触之处，也不与其他标准相冲突。

八、重大分歧意见的处理经过和依据

无。

九、标准作为强制性标准或推荐性标准的建议

建议行业标准《粗硫酸锂》作为推荐性标准颁布实施。

十、贯彻标准的要求和措施建议

建议本文件在批准发布 6 个月后实施。

十一、废止现行有关标准的建议

无。

十二、其他应予说明的事项

无。

标准编制组

2026年9月

附录 A

(规范性)

硫酸锂含量的测定 验证报告

一、工作情况

见粗硫酸锂产品标准编制说明。

二、标准编制原则

2.1 规范性原则

本文件严格按照 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 20001.4-2015《标准编写规则 第 4 部分：试验方法标准》的要求进行文件编写的；并按照 GB/T 6379.1-2004《测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第 1 部分：总则与定义》、GB/T 6379.2-2004《测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第 2 部分：确定标准 测量方法重复性与再现性的基本方法》、GB/T 6379.2-2004《测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第 4 部分：确定标准测量方法的正确度的基本方法》、同时考虑我国国家标准与 ISO 国际标准的接轨，采用了 ISO 5715-2:2019《测量方法和结果的准确度（真实度和精密度）第 2 部分：测定标准测量方法重复性和再现性的基本方法》相关条款和统计规则进行数理统计分析。

2.2 适用性原则

本标准的试验方法采用火焰原子吸收光谱法（FAAS）测定粗硫酸锂中硫酸锂含量。方法设计在保障基本分析精度和物相鉴别能力的基础上，注重操作流程的清晰性与设备配置的合理性，兼顾测试效率与数据可靠性，既适用于生产现场的快速质量控制，也满足研发实验室的深入分析需求。在方法验证阶段，已选用多种典型实际样品开展系统测试，验证其适用性与稳定性。同时，本标准预留了根据产业技术发展和用户反馈进行修订完善的机制，以确保方法的长期适用性和持续改进能力。

2.3 合规性原则

本文件属于粗硫酸锂中硫酸锂含量分析方法，领域内无强制性国家标准。本文件与现行法律法规和相关标准相互补充协调，无冲突。符合相关规定。

三、标准的主要内容和确定依据

3.1 标准范围确定

本文件规定了粗硫酸锂中硫酸锂含量的测定方法，测定范围 45%~93%（以硫酸锂计）。

3.2 原理

试样用王水溶解，以空气-乙炔贫燃性火焰，采用工作曲线法，于火焰原子吸收光谱仪波长 670.8 nm

处,测定锂的吸光度,计算硫酸锂的含量。

3.3 仪器条件试验

3.3.1 灯电流选择

固定光谱通带 0.4nm,燃气流量 1500mL/min,改变灯电流,用原子吸收光谱仪测定 3.00 μ g/mL Li 标准溶液的三次吸光度,计算平均值及相对标准偏差。

实验室 1	灯电流/mA	2	3	4	5
	ABS	0.3332	0.3164	0.2954	0.2825
	RSD%	0.18	0.25	0.22	0.39
实验室 2	灯电流/mA	2	3	4	5
	ABS	0.3355	0.3087	0.2878	0.2743
	RSD%	0.58	0.42	0.33	0.16
实验室 3	灯电流/mA	2	3	4	5
	ABS	0.3642	0.3404	0.3120	0.2945
	RSD%	0.032	0.017	0.067	0.020
实验室 4	灯电流/mA	2	3	4	5
	ABS	0.3081	0.2887	0.2763	0.2684
	RSD%	0.18	0.24	0.31	0.17

结果表明,灯电流为 2mA 时,吸光度较高,因各单位采用的设备品牌、型号不同,不同灯电流下 RSD 表现有异,各单位应综合考虑吸光度与稳定性表现,选择各自使用仪器的最佳工作条件。

3.2.2 光谱通带选择

固定灯电流 2mA,燃气流量 1500mL/min,改变光谱通带,用火焰原子吸收光谱仪测定 3.00 μ g/mL Li 标准溶液的三次吸光度,计算平均值及相对标准偏差。

实验室 1	光谱通带/nm	0.2	0.4	1.0	2.0
	ABS	0.3378	0.3332	0.3325	0.2713
	RSD%	0.30	0.18	0.43	0.29
实验室 2	光谱通带/nm	0.2	0.4	1.0	2.0
	ABS	0.3359	0.3397	0.3466	0.3042
	RSD%	0.69	0.61	0.53	0.35
实验室 3	光谱通带/nm	0.2	0.4	1.0	2.0
	ABS	0.3564	0.3551	0.3545	0.3578
	RSD%	0.0857	0.117	0.127	0.0807
实验室 4	光谱通带/nm	0.2	0.4	1.0	2.0
	ABS	0.3227	0.3305	0.3361	0.2889

	RSD%	0.23	0.19	0.25	0.49
--	------	------	------	------	------

结果表明,因各单位采用的设备品牌、型号不同,不同光谱通带下吸光度、RSD表现不同,各单位应综合考虑吸光度与稳定性表现,选择各自使用仪器的最佳工作条件。

3.2.3 燃气流量选择

固定灯电流 2mA,光谱通带 0.4nm,改变燃气流量,用原子吸收光谱仪测定 3.00 μ g/mL Li 标准溶液的三次吸光度,计算平均值及相对标准偏差。

实验室 1	燃气流量/mL/min	1400	1500	1600	1700
	ABS	0.3689	0.3332	0.2611	0.2201
	RSD%	0.41	0.18	0.32	0.84
实验室 2	燃气流量/mL/min	1400	1500	1600	1700
	ABS	0.3201	0.3358	0.3479	0.3354
	RSD%	0.50	0.29	0.40	0.48
实验室 3	燃气流量/mL/min	1400	1500	1600	1700
	ABS	0.2920	0.3589	0.4971	0.7044
	RSD%	0.0396	0.205	0.131	0.0856
实验室 4	燃气流量/mL/min	1400	1500	1600	1700
	ABS	0.3345	0.3508	0.3621	0.3425
	RSD%	0.31	0.25	0.22	0.28

结果表明,因各单位采用的设备品牌、型号不同,不同燃气流量下吸光度、RSD表现不同,各单位应综合考虑吸光度与稳定性表现,选择各自使用仪器的最佳工作条件。

3.2.4 灵敏度、检出限和定量下限

重复测定 11 次空白溶液强度,计算标准偏差,随同测得 1.00 μ g/mL 的锂标准溶液的强度为 cps。以空白溶液标准偏差的 3 倍为检出限,以空白溶液标准偏差的 20 倍计算方法定量下限(以最大称样量 0.10g、最小定容体积 250.00 mL 进行计算)。

元素	Li			
实验室	实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4
灵敏度 cps/(μ g/mL)	0.1213	0.101	0.1193	0.1143
检出限/ μ g/mL	0.0229	0.0196	0.0211	0.0021
定量下限(以 Li ₂ SO ₄ 计)/%	0.30	0.31	0.28	0.027

3.2.5 曲线线性关系及线性范围

在选定的条件下,以锂标准溶液浓度(μ g/mL)为横坐标,测得吸光度的平均值为纵坐标,绘制工作曲线,将工作曲线按浓度平均分成五段,计算最高段吸光度的差值与最低段吸光度的差值之比。

实验室	实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4
工作曲线线性	$R^2=0.99991$	$R^2=0.99995$	$R^2=1.00000$	$R^2=0.9999$
比值	4.64	5.55	5.69	4.69

结果表明，各单位工作曲线最高段吸光度的差值与最低段吸光度的差值之比均大于 0.7，满足工作曲线的要求。

3.3 试样量试验

以粗制硫酸锂试验样 1#和粗制硫酸锂试验样 5#为试样，称取不同的试样量，其他按试验步骤进行，平行测定两次求平均值。

试样编号	称样量 (g)	实验室 1		实验室 2		实验室 3		实验室 4	
		平均值	RSD/%	平均值	RSD/%	平均值	RSD/%	平均值	RSD/%
粗制硫酸锂试验样 1#	0.10	47.12	0.71	46.87	0.08	48.47	0.10	46.76	1.38
	0.20	47.00	1.79	46.24	0.05	47.77	0.18	47.07	0.66
	0.30	47.32	1.06	46.60	0.50	48.13	0.19	47.17	1.09
	0.50	47.48	1.53	46.31	0.41	48.33	0.12	46.61	1.21
粗制硫酸锂试验样 5#	0.10	81.46	0.07	81.46	0.07	83.38	0.06	82.48	0.52
	0.20	81.73	0.27	81.73	0.27	83.50	0.68	83.16	0.51
	0.30	81.38	0.48	81.38	0.49	83.72	0.27	82.81	0.79
	0.50	82.11	0.17	82.11	0.17	83.70	0.48	82.88	0.60

结果表明，不同称样量对应的结果无明显变化，为保证准确度和精密度的综合考虑选择试样量为 0.1g，各验证单位结论一致。

3.4 试样分解

3.4.1 不同酸消解试验

起草单位与三家一验单位以粗制硫酸锂试验样 1#和 4#为试样，分别用 (1+1) 盐酸、(1+1) 硝酸、(1+1) 硫酸、(1+1) 王水进行消解，其他按试验步骤进行，平行测定两次求平均值。结果表明，四种溶样方式均能溶解样品，无明显残渣，结果无明显差异，但考虑不同工艺的粗制硫酸锂产品存在一定的差异，为确保不同产品能够分解完全，因此选择消解能力更强的 (1+1) 王水。

3.4.2 酸加入量

起草单位与三家一验单位以粗制硫酸锂试验样 1#和 5#为试样，分别加入 5mL、8mL、10mL、15mL (1+1) 王水，其他按试验步骤进行，平行测定两次求平均值。结果表明，加入不同体积的 (1+1) 王水对于测定结果无明显影响，因此选择 5mL (1+1) 王水。

3.5 干扰试验

3.5.1 硫酸根干扰试验

为考察硫酸锂中硫酸根对锂测定的影响，模拟硫酸锂待测溶液，分别移取 1.00mL、2.00mL、3.00mL 锂纯标准溶液(100mg/L)，分别置于一组 100mL 容量瓶中，各加入 4mL (1+1) 硝酸，分别加入一定量的硫酸根)，用水稀释至刻度，混匀。起草单位与三家一验单位的试验结果表明溶液中含有硫酸根对锂的测定结果无明显影响。

3.5.2 消除硫酸根基体比对试验

以粗制硫酸锂试验样 1#和 5#为试样,加入 5mL (1+1) 王水 (2.2.1),待样品消解完全后滴加浓度为 100g/L 的过量氯化钡溶液,使沉淀完全,定容摇匀后静置,取其上清液稀释,其他按试验步骤进行,平行测定两次求平均值。起草单位与三家一验单位的试验结果表明加入氯化钡消除硫酸根基体与消除硫酸根基体的结果基本一致,说明硫酸根基体对锂的测定无影响,因此选择直接测定。

3.5.3 干扰元素试验

分别移取 1.00mL、3.00mL、4.00mL、5.00mL 锂标准溶液(100mg/L),分别置于一组 100mL 容量瓶中,各加入 4mL (1+1) 硝酸,分别加入一定量的干扰元素,用水稀释至刻度,混匀。起草单位与三家一验单位的试验结果表明混合干扰元素不影响锂的测定结果。

3.6 精密度及数据统计结果

参与本次验证工作的共计 9 家单位,对各单位提供的数据,根据 GB/T 6739.2-2004《测量方法结果的准确度(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》,对测试结果进行了统计分析。具体统计数据如下所示:

实验室	样品 1	样品 2	样品 3	样品 4	样品 5	样品 6
	测试值%					
1	48.00	56.63	65.89	76.27	81.02	93.54
	47.68	56.87	66.37	76.27	80.94	92.35
	47.60	56.79	66.69	76.03	81.34	92.58
	47.76	56.63	66.69	76.03	81.10	92.90
	47.28	57.10	66.13	75.64	81.50	92.90
	47.20	56.79	66.61	75.48	81.73	92.98
	47.44	57.02	66.77	76.27	81.50	93.22
	47.36	56.94	66.61	76.11	80.94	93.30
	47.44	57.18	67.00	76.11	81.02	92.74
2	47.63	55.34	65.88	74.67	83.53	94.32
	46.03	55.46	65.43	73.74	81.80	94.11
	48.23	56.32	65.82	74.85	83.16	93.41
	48.58	56.04	64.94	76.46	83.13	94.88
	46.91	56.91	66.53	75.27	83.21	93.48
	45.50	54.52	66.19	74.06	84.60	92.97
	46.76	54.23	65.43	75.64	83.42	91.81
	46.79	54.67	66.21	74.18	82.70	92.28
	46.66	54.34	65.82	76.31	83.42	93.38
3	48.47	56.71	66.38	75.25	83.64	94.82
	47.28	56.58	67.19	74.37	83.71	95.11
	47.46	56.62	66.40	75.16	83.49	95.43
	48.18	56.89	66.59	74.28	83.62	95.67
	47.62	57.11	66.34	74.66	83.69	95.82
	47.88	56.48	67.22	74.51	83.58	95.78
	47.24	57.17	66.70	74.58	83.77	95.09
	47.29	56.55	66.82	74.62	84.01	95.14
	48.07	57.30	67.19	74.83	83.39	95.88

4	47.75	55.20	64.44	73.32	82.65	95.08
	47.50	56.38	65.96	74.56	82.67	95.18
	48.00	55.12	65.09	74.23	81.76	95.18
	47.46	56.19	65.29	74.30	82.25	94.64
	46.74	55.78	65.69	73.76	82.69	95.30
	47.77	56.48	65.79	73.61	82.48	95.64
	47.81	56.49	65.58	73.28	82.26	95.56
	47.22	55.63	65.31	73.50	82.17	95.71
	46.97	55.66	65.91	73.93	81.78	95.20
5	46.91	56.12	65.46	74.76	84.01	91.05
	46.48	56.38	65.46	74.31	83.61	91.05
	46.79	56.45	65.40	74.67	83.85	90.98
	46.95	56.38	65.32	74.82	83.69	90.82
	46.64	56.45	65.40	74.67	83.85	91.06
	46.87	56.30	65.48	74.35	83.93	91.13
	46.56	56.38	65.56	74.59	83.69	91.13
6	45.69	56.94	64.23	70.90	82.97	92.74
	46.02	56.17	64.48	71.31	82.78	92.90
	46.26	56.65	64.38	71.37	82.81	91.68
	46.23	56.72	64.78	71.35	82.46	92.27
	46.20	56.27	63.99	71.03	83.48	91.56
	46.09	56.21	64.39	71.27	83.40	92.51
	46.46	56.13	65.58	71.58	82.88	92.98
7	46.18	54.27	65.68	74.32	81.09	92.18
	45.73	55.17	65.27	74.09	80.64	92.33
	46.13	54.63	65.55	74.29	80.79	92.18
	45.88	55.62	65.20	73.26	80.82	92.43
	46.88	55.07	65.80	74.24	80.37	92.91
	46.03	53.98	65.79	73.97	80.59	92.44
	45.73	54.70	66.01	74.12	80.79	92.52
8	48.06	56.15	67.41	76.19	81.42	92.48
	47.52	55.39	66.65	76.20	81.71	92.56
	47.91	56.52	66.77	76.03	81.64	92.40
	48.10	55.49	66.68	75.36	81.36	93.03
	48.47	55.83	66.80	75.24	82.08	92.66
	47.96	55.90	66.51	76.25	82.28	92.94
	48.04	55.52	66.61	75.25	81.62	92.37
9	47.78	56.88	66.55	75.56	81.05	92.56
	47.39	56.74	66.21	76.31	81.30	93.04
	47.44	56.71	66.30	76.03	81.41	92.93
	47.35	57.15	66.68	76.09	80.69	92.73
	47.31	56.61	66.90	76.18	80.56	92.67
	47.48	57.14	66.54	76.01	81.52	92.82
	47.94	57.16	66.58	75.99	81.40	92.83

根据 GB/T 6379.2—2004《测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法》对 9 家实验室精密度数据进行统计、分析和处理，同时结合同类型标准方法重复性限与再现性限对部分数据进行人工剔除，计算重复性限和再现性限。该标准项目中硫酸锂含量的重复性、再现性计算结果见下表：

m	47.51	56.42	66.11	75.15	81.46	92.51
r	0.91	1.03	1.19	1.31	1.43	1.58
R	1.47	1.74	1.85	2.48	2.53	2.77

换算为锂含量，重复性、再现性结果如下表：

m	6.00	7.12	8.34	9.48	10.28	11.68
r	0.12	0.13	0.15	0.17	0.18	0.20
R	0.18	0.22	0.23	0.31	0.32	0.35

3.7 准确度

分别称取 1#、3#、5#样品进行准确度试验。按照样品中锂含量的 1 倍和 2 倍的量进行加标试验，计算加标回收率。

样品名称	Li 加入量 (mg)	实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4
		Li 回收率 (%)	Li 回收率 (%)	Li 回收率 (%)	Li 回收率 (%)
1#	5.00	101.1	107.78	97.73	98.24
1#	5.00	102.6	103.09	98.29	99.44
1#	10.00	100.7	108.89	97.75	101.43
1#	10.00	103.2	107.73	97.12	100.77
3#	7.50	102.3	98.92	100.6	100.19
3#	7.50	102.8	102.65	100.1	97.54
3#	15.00	101.0	102.55	98.73	96.88
3#	15.00	100.4	100.65	99.11	98.49
5#	10.00	103.6	102.61	101.1	103.96
5#	10.00	102.9	99.15	99.51	105.46
5#	20.00	100.9	99.21	98.83	101.46
5#	20.00	102.6	97.37	99.41	101.93

起草单位与三家一验单位的试验结果表明不同含量的粗制硫酸锂样品的加标回收率均在 96.88%~108.89%之间，加标回收率较好。

附录 B

(规范性)

电感耦合等离子体原子发射光谱法测定杂质元素 验证报告

四、工作情况

见粗硫酸锂产品标准编制说明。

五、标准编制原则

2.1 规范性原则

本文件严格按照 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 20001.4-2015《标准编写规则 第 4 部分：试验方法标准》的要求进行文件编写的；并按照 GB/T 6379.1-2004《测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第 1 部分：总则与定义》、GB/T 6379.2-2004《测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第 2 部分：确定标准 测量方法重复性与再现性的基本方法》、GB/T 6379.2-2004《测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第 4 部分：确定标准测量方法的正确度的基本方法》、同时考虑我国国家标准与 ISO 国际标准的接轨，采用了 ISO 5715-2:2019《测量方法和结果的准确度（真实度和精密度）第 2 部分：测定标准测量方法重复性和再现性的基本方法》相关条款和统计规则进行数理统计分析。

2.2 适用性原则

本标准的试验方法采用电感耦合等离子体发射光谱法（ICP-OES），同时测定粗硫酸锂中钠、钾、镁、钙、铅、砷、铬、镉、铁等九种元素含量。方法设计在保障基本分析精度和物相鉴别能力的基础上，注重操作流程的清晰性与设备配置的合理性，兼顾测试效率与数据可靠性，既适用于生产现场的快速质量控制，也满足研发实验室的深入分析需求。在方法验证阶段，已选用多种典型实际样品开展系统测试，验证其适用性与稳定性。同时，本标准预留了根据产业技术发展和用户反馈进行修订完善的机制，以确保方法的长期适用性和持续改进能力。

2.3 合规性原则

本文件属于粗硫酸锂钠、钾、镁、钙、铅、砷、铬、镉、铁含量分析方法，领域内无强制性国家标准。本文件与现行法律法规和相关标准相互补充协调，无冲突。符合相关规定。

六、标准的主要内容和确定依据

3.1 标准范围确定

本文件规定了粗硫酸锂中钠、钾、镁、钙、铅、砷、铬、镉、铁含量的测定方法。

各元素测定范围如下：

元素	测定范围%	元素	测定范围%
As	0.0014~0.10	Mg	0.0002~2.50
Ca	0.0022~0.25	Pb	0.0009~0.10
Cd	0.0001~0.10	Na	0.0017~15.00
Cr	0.0001~0.10	K	0.0019~15.00
Fe	0.0004~0.25	-	-

3.2 原理

试样用硝酸溶解，采用工作曲线法，于电感耦合等离子体发射光谱法测量溶液中待测元素的强度，根据标准溶液制作的校准曲线计算出元素最终含量。

3.3 仪器选择条件和稳定性

高含量的杂质元素，样品溶解后，经适当稀释后，用标准曲线法进行测试。低含量的杂质元素，样品溶解后，采用基体匹配法进行测试，测试参数见下表。表内参数仅供参考，不同品牌、不同型号仪器使用具体参数不同，各单位根据各自使用仪器选择最佳工作条件。

仪器工作条件-1

辅助气流量	1.0 L/min	射频功率	1.20kW
雾化气流量	0.7 L/min	观测角度	径向
等离子气体流量	12 L/min	分析泵速	12rpm

仪器工作条件-2

辅助气流量	1.0 L/min	射频功率	1.20kW
雾化气流量	0.7 L/min	观测角度	轴向
等离子气体流量	12 L/min	分析泵速	12rpm

在选定仪器最佳工作条件下，以 $1 \mu\text{g/mL}$ 的铜（或锰）标准溶液为测试介质，连续进样测定 11 次，对各元素响应值的相对标准偏差（RSD）进行统计。结果表明，各测定单位的 RSD 均小于 1%，证明仪器在该条件下的短期稳定性良好，满足方法精密度要求。

实验室编号	实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4
均值	58735.4	6618.0	50389.4	71610.5
SD	103.6	34.3	131.5	350.18
RSD%	0.18%	0.52%	0.26%	0.49%

3.4 样品的处理及工作曲线的绘制

称取 0.20g 置于 150mL 石英烧杯中，加入约 10~20mL 左右水，缓慢加入 5mL 硝酸（1+1），盖上表面皿，低温加热至微沸，冷却至室温，移入 100mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，按下表规定的分取试液（1.9.1）于 100mL 容量瓶中。

不同含量钠、钾、镁分取量、加酸量及曲线选择

测试元素	含量范围%	分取mL	定容mL	硝酸（1+1）	标准曲线
钠、钾、镁、钙、铁	<0.25	-	-	-	标准曲线3
铅、砷、铬、镉	<0.1	-	-	-	标准曲线3
钠	0.25-0.5	-	-	-	标准曲线3
	0.5~5.0	10.00	100.00	5	标准曲线1
	5.0~10.0	5.00	100.00	5	标准曲线1
钾	0.25-0.5	-	-	-	标准曲线3
	0.5~5.0	10.00	100.00	5	标准曲线1
	5.0~10.0	5.00	100.00	5	标准曲线1
	10.0~15.0	2.00	100.00	5	标准曲线1
镁	0.25~1.5	10.00	100.00	5	标准曲线2

标准曲线的配制

元素	谱 线 /nm	标准溶液/ug/g							曲线介质
		STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6	STD7	
Na	589.592	0.00	1.00	2.00	5.00	8.00	10.00	15.00	曲线 1:2.5%硝酸
K	766.491	0.00	1.00	2.00	5.00	8.00	10.00	15.00	
Mg	279.553	0.00	0.10	0.50	1.00	2.0	5.0	-	曲线 2:2.5%硝酸
Na	589.592	0.00	-	0.50	1.00	2.0	5.0	10.0	曲线 3:2.0g/L 硫酸 锂+2.5%硝酸
K	766.491	0.00	-	0.50	1.00	2.0	5.0	10.0	
Mg	279.553	0.00	0.10	0.50	1.00	2.0	5.0	-	
Ca	396.847	0.00	0.10	0.50	1.00	2.0	5.0	-	
Fe	259.94	0.00	0.10	0.50	1.00	2.0	5.0	-	
Pb	220.353	0.00	0.10	0.50	1.00	2.0	-	-	
As	188.98	0.00	0.10	0.50	1.00	2.0	-	-	
Cr	267.716	0.00	0.10	0.50	1.00	2.0	-	-	
Cd	214.439	0.00	0.10	0.50	1.00	2.0	-	-	

标准曲线配置说明：当样品各元素含量较低时，不经过二次稀释，此时基体干扰明显，使用基体匹配法；当样品各元素较高，需要二次稀释时，稀释后基体浓度较低，此时无明显基体干扰，标准曲线介质选用 2.5%的硝酸水溶液。

3.5 酸度的选择

四家一验单位分别配制不同酸度的 1.00 µg/mL 钠、钾、镁、钙、铅、砷、铬、镉、铁标准溶液（2.0g/L 硫酸锂+X.X%酸度）进行酸度验证，酸度无较大影响，为了和样品测定时保持一致，本实验酸度定为 2.5%硝酸（V/V）。

3.6 干扰及消除

针对待测元素含量较低的样品，本实验通过基体匹配法消除基体干扰。

3.7 样品分析检出限实验

平行称取 10 份 0.2g 硫酸锂，按实验方法进行操作，测得样品中各杂质元素含量，计算定量限：

元素%	As	Ca	Cd	Cr	Fe	K	Mg	Na	Pb
实验室 1	0.0014	0.0022	0.0001	0.0001	0.0004	0.0019	0.0002	0.0017	0.0009
实验室 2	0.0002	0.0002	0.0000	0.0000	0.0007	0.0001	0.0000	0.0000	0.0001
实验室 3	0.0005	0.0024	0.0000	0.0002	0.0007	0.0009	0.0001	0.0026	0.0002
实验室 4	0.0031	0.0050	0.0001	0.0002	0.0006	0.0014	0.0024	0.0024	0.0018

选取代表性样品，不同型号的试样，加入不同量标准溶液，按拟定的分析步骤进行操作，考查各元素加标情况。加标回收实验结果如下：

待测元素	实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4
As	98.3-101.1	92.3-95.8	94.7-100.0	-
Ca	100.8-108.0	103.9-112.0	97.8-106.7	-
Cd	98.9-102.5	98.21-106.5	95.3-100.7	-
Cr	98.3-101.4	96.1-104.6	97.6-98.7	-
Fe	97.0-102.0	93.1-96.6	97.3-99.9	-
K	95.8-104.4	99.8-101.8	99.5-105.3	99.4-101.9
Mg	95.5-103.5	93.6-97.1	96.0-103.8	99.5-107.9
Na	96.9-102.4	95.0-96.9	95.1-104.7	96.1-107.0
Pb	102.0-106.6	102.9-110	97.5-100.4	-

3.8 精密度

参与本次验证工作的共计 9 家单位，对各单位提供的数据，根据 GB/T 6739.2-2004《测量方法结果的准确度（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》，对测试结果进行了统计分析。具体统计数据如下所示（歧离值用“*”标出，保留，离群群值用“***”标出，舍弃，—表示未提供数据）：

3.8.1 Ca 元素分析

3.8.1.1 Ca 元素原始数据

对原始数据标准偏差进行柯克伦检验，保留歧离值，舍弃离群值；再对剩余数据平均值进行格拉布斯检验保留歧离值，舍弃离群值；最后对剩余数据进行统计。

实验室	样品 1	样品 2	样品 3	样品 4
	测试值%			
1	0.01010	0.00790	0.10540	0.14260
	0.01040	0.00770	0.10550	0.14450
	0.01020	0.00790	0.10530	0.14380
	0.00990	0.00820	0.10640	0.13780
	0.01020	0.00810	0.10530	0.14500
	0.01060	0.00840	0.10650	0.14770
	0.01010	0.00820	0.10980	0.14110

2	0.01267	0.00935	0.11238	0.12990
	0.01267	0.00894	0.11425	0.13390
	0.01294	0.00993	0.11448	0.10877
	0.01147	0.00792	0.11332	0.13163
	0.01139	0.00878	0.10968	0.12978
	0.01034	0.00702	0.11614	0.13239
	0.01088	0.00792	0.11256	0.12485
3	0.01070	0.00760	0.10590 *	0.12690
	0.01120	0.00710	0.10380 *	0.12660
	0.00990	0.00640	0.10600 *	0.12470
	0.01030	0.00780	0.10490 *	0.12820
	0.01140	0.00620	0.10600 *	0.13140
	0.01060	0.00880	0.10540 *	0.14920
	0.01020	0.00880	0.10440 *	0.12950
4	0.00910	0.01390 **	0.11460	0.15610 *
	0.00870	0.00720 **	0.11750	0.16290 *
	0.00870	0.01160 **	0.11590	0.16910 *
	0.00910	0.00890 **	0.11280	0.15470 *
	0.00910	0.00970 **	0.11110	0.17210 *
	0.00930	0.01150 **	0.11180	0.16880 *
	0.01170	0.01050 **	0.11340	0.18080 *
5	0.01015	0.00861	0.10848	0.11853
	0.01018	0.00863	0.10904	0.11873
	0.01004	0.00883	0.10836	0.12164
	0.00993	0.00886	0.10748	0.12074
	0.00987	0.00883	0.10733	0.12104
	0.00983	0.00881	0.10706	0.12051
	0.00982	0.00863	0.10799	0.11919
6	0.01120	0.01010	0.10990	0.14110
	0.01260	0.01000	0.10980	0.15010
	0.01210	0.00970	0.10740	0.14280
	0.01130	0.00910	0.10760	0.14420
	0.01330	0.01000	0.11010	0.14470
	0.01320	0.01010	0.10860	0.14360
	0.01200	0.00940	0.10980	0.14410
7	0.01000 **	0.00785 **	0.10400	0.14400
	0.01470 **	0.00752 **	0.10500	0.14700
	0.01290 **	0.00831 **	0.10600	0.14700
	0.01590 **	0.01190 **	0.10300	0.14600
	0.01300 **	0.01190 **	0.10400	0.14600
	0.01500 **	0.00823 **	0.10300	0.14500
	0.01160 **	0.00971 **	0.10300	0.14400
8	0.00950	0.00720	0.1082	0.13940
	0.00950	0.00710	0.106	0.13780
	0.00960	0.00700	0.1028	0.14000

	0.00950	0.00720	0.1021	0.14250
	0.00910	0.00740	0.1053	0.13840
	0.00950	0.00700	0.1046	0.13930
	0.00940	0.00720	0.1051	0.13990
9	0.01043	0.00887	0.10285	-
	0.01071	0.00907	0.10665	-
	0.01084	0.00902	0.10430	-
	0.01065	0.00916	0.10595	-
	0.01071	0.00909	0.10590	-
	0.01070	0.00929	0.10705	-
	0.01090	0.00940	0.10675	-

3.8.1.2 科克伦检验

对各实验室的标准差进行了统计分析，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=9, 此时柯克伦检验 5% 临界值为 0.329, 1% 临界值为 0.378。n=6, p=8, 此时柯克伦检验 5% 临界值为 0.360, 1% 临界值为 0.423; n=6, p=7, 此时柯克伦检验 5% 临界值为 0.397, 1% 临界值为 0.466。重复进行柯克伦检验，直至无离群群值。具体结果如下表：

实验室		样品 1	样品 2	样品 3	样品 4
		标准偏差			
1		0.00023	0.00024	0.00162	0.00315
2		0.00101	0.00099	0.00203	0.00866
3		0.00054	0.00104*	0.00087	0.00834
4		0.00104	0.00215**	0.00228	0.00920 *
5		0.00015	0.00011	0.00071	0.00122
6		0.00084	0.00039	0.00115	0.00279
7		0.00207**	0.00187**	0.00115	0.00127
8		0.00016	0.00014	0.00203	0.00150
9		0.00015	0.00018	0.00153	-
一次检验	SMax	0.00207	0.00215	0.00228	0.00920
	C	0.570	0.442	0.233	0.336
二次检验	SMax	0.00104	0.00187	/	/
	C	0.339	0.600	/	/
三次检验	SMax	/	0.00104	/	/
	C	/	0.465	/	/

3.8.1.3 格拉布斯检验

剔除柯克伦检验中离群值，对剩下的单元的平均值进行格拉布斯检验，p=9时格拉布斯检验 5% 临界值为 2.215, 1% 临界值为 2.387; p=8时格拉布斯检验 5% 临界值为 2.126, 1% 临界值为 2.274; p=7时格拉布斯检验 5% 临界值为 2.020, 1% 临界值为 2.139。具体结果如下表：

实验室	样品 1	样品 2	样品 3	样品 4
	测试平均值%			

1	0.01021	0.00806	0.10631	0.14321
2	0.01177	0.00857	0.11326	0.12732
3	0.01061	0.00753	0.10520	0.13093
4	0.00939	/	0.11387	0.16636
5	0.00997	0.00874	0.10796	0.12005
6	0.01224	0.00977	0.10903	0.14437
7	/	/	0.10400	0.14557
8	0.00944	0.00716	0.10487	0.13961
9	0.01070	0.00913	0.10564	-
Max	0.01224	0.00977	0.11387	0.16636
Min	0.00939	0.00716	0.10400	0.12005
Gmax	1.654	1.486	1.679	1.889
Gmin	1.125	1.387	1.048	1.390

3.8.1.4 精密度计算

剔除离群值后，Ca 的重复性、再现性计算结果见下表：

样品	样品 1	样品 2	样品 3	样品 4
T1	0.59	0.41	6.79	7.82
T2	0.01	0.00	0.73	1.10
T3	56	49	63	56
T4	392	343	441	392
T5	0.00002	0.0000	0.0001	0.0015
Sr ²	0.00000	0.00000	0.00000	0.00003
SL ²	0.00000	0.00000	0.00001	0.00019
SR ²	0.00000	0.00000	0.00002	0.00023
Sr	0.0006	0.0006	0.0016	0.0056
SR	0.0012	0.0011	0.0039	0.0150
总平均值	0.0105	0.0084	0.1078	0.1397
r	0.0018	0.0016	0.0044	0.0157
R	0.0033	0.0030	0.0109	0.0421

3.8.2 Fe 元素分析

3.8.2.1 Fe 元素原始数据

对原始数据标准偏差进行柯克伦检验，保留岐离值，舍弃离群值；再对剩余数据平均值进行格拉布斯检验保留岐离值，舍弃离群值；最后对剩余数据进行统计。

实验室	样品 1	样品 2	样品 3
	测试值%		
1	0.0012	0.0051	0.0332
	0.0009	0.0048	0.0336
	0.0011	0.0054	0.0419
	0.0010	0.0051	0.0403
	0.0010	0.0054	0.0313
	0.0010	0.0048	0.0417
	0.0009	0.0052	0.0336

2	0.0010	0.0053	0.0367
	0.0012	0.0054	0.0410
	0.0013	0.0064	0.0465
	0.0009	0.0051	0.0489
	0.0012	0.0064	0.0455
	0.0010	0.0057	0.0238
	0.0011	0.0050	0.0301
3	0.0009	0.0048	0.0394
	0.0006	0.0049	0.0337
	0.0008	0.0047	0.0531
	0.0010	0.0055	0.0484
	0.0010	0.0056	0.0329
	0.0007	0.0050	0.0516
	0.0008	0.0057	0.0499
4	0.0012 **	0.0054 **	0.0867**
	0.0000 **	0.0070 **	0.0584 **
	0.0003 **	0.0046 **	0.0532 **
	0.0000 **	0.0037 **	0.0419 **
	0.0000 **	0.0038 **	0.0686 **
	0.0000 **	0.0040 **	0.0635 **
	0.0000 **	0.0042 **	0.0676 **
5	0.0013	0.0055	0.0320
	0.0013	0.0056	0.0321
	0.0013	0.0056	0.0328
	0.0013	0.0055	0.0325
	0.0013	0.0055	0.0325
	0.0014	0.0055	0.0325
	0.0013	0.0055	0.0323
6	0.0010	0.0048	0.0341
	0.0008	0.0052	0.0349
	0.0008	0.0045	0.0334
	0.0010	0.0062	0.0292
	0.0009	0.0050	0.0458
	0.0009	0.0047	0.0378
	0.0008	0.0049	0.0339
7	0.0019	0.0061	0.0344
	0.0018	0.0061	0.0353
	0.0017	0.0063	0.0335
	0.0021	0.0057	0.0337
	0.0018	0.0059	0.0336
	0.0020	0.0061	0.0318
	0.0018	0.0057	0.0359
8	0.0007	0.0052	0.0280

9	0.0006	0.0052	0.0350
	0.0005	0.0048	0.0353
	0.0007	0.0048	0.0335
	0.0006	0.0056	0.0349
	0.0005	0.0054	0.0281
	0.0005	0.0052	0.0393
	0.0003	0.0044	-
	0.0003	0.0059	-
	0.0004	0.0059	-
	0.0003	0.0046	-
	0.0004	0.0048	-
	0.0003	0.0048	-
	0.0004	0.0046	-

3.8.2.2 科克伦检验

对各实验室的标准差进行了统计分析，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=9, 此时柯克伦检验 5% 临界值为 0.329, 1% 临界值为 0.378。n=6, p=8, 此时柯克伦检验 5% 临界值为 0.360, 1% 临界值为 0.423; n=6, p=7, 此时柯克伦检验 5% 临界值为 0.397, 1% 临界值为 0.466。重复进行柯克伦检验，直至无离群群值。具体结果如下表：

实验室		样品 1	样品 2	样品 3
		标准偏差		
1		0.00011	0.00025	0.00457
2		0.00012	0.00059	0.00928
3		0.00015	0.00042	0.00861
4		0.00045**	0.00118**	0.01400**
5		0.00003	0.00004	0.00029
6		0.00009	0.00056	0.00517
7		0.00014	0.00022	0.00134
8		0.00009	0.00029	0.00409
9		0.00008	0.00062	-
一次检验	SMax	0.00045	0.00118	0.01400
	C	0.685	0.497	0.464
二次检验	SMax	0.00015	0.00062	0.00928
	C	0.241	0.270	0.380

3.8.2.3 格拉布斯检验

剔除柯克伦检验中离群值，对剩下的单元的平均值进行格拉布斯检验，p=9时格拉布斯检验 5% 临界值为 2.215, 1% 临界值为 2.387; p=8时格拉布斯检验 5% 临界值为 2.126, 1% 临界值为 2.274; p=7时格拉布斯检验 5% 临界值为 2.020, 1% 临界值为 2.139。具体结果如下表：

实验室	样品 1	样品 2	样品 3
-----	------	------	------

	测试平均值%		
1	0.0010	0.0051	0.0365
2	0.0011	0.0056	0.0389
3	0.0008	0.0052	0.0441
4	/	/	/
5	0.0013	0.0055	0.0324
6	0.0009	0.0050	0.0356
7	0.0019	0.0060	0.0340
8	0.0006	0.0052	0.0334
9	0.0003	0.0050	-
Max	0.0019	0.0060	0.0441
Min	0.0003	0.0050	0.0324
Gmax	1.890	1.891	1.915
Gmin	1.390	0.952	1.001

3.8.2.4 精密度计算

剔除离群值后，Fe 的重复性、再现性计算结果见下表：

样品	样品 1	样品 2	样品 3
T1	0.06	0.30	1.79
T2	0.00	0.00	0.07
T3	56	56	49
T4	392	392	343
T5	0.0000	0.0000	0.0014
Sr ²	0.00000	0.00000	0.00003
SL ²	0.00000	0.00000	0.00001
SR ²	0.00000	0.00000	0.00004
Sr	0.0001	0.0004	0.0057
SR	0.0005	0.0005	0.0066
总平均值	0.0010	0.0053	0.0364
r	0.0003	0.0012	0.0159
R	0.0013	0.0015	0.0186

3.8.3 Mg 元素分析

3.8.3.1Mg 元素原始数据

对原始数据标准偏差进行柯克伦检验，保留歧离值，舍弃离群值；再对剩余数据平均值进行格拉布斯检验保留歧离值，舍弃离群值；最后对剩余数据进行统计。

实验室	样品 1	样品 2	样品 3
	测试值%		
1	0.0008	1.0182	0.0401
	0.0008	1.0360	0.0436
	0.0008	1.0131	0.0394
	0.0008	1.0269	0.0446
	0.0008	1.0225	0.0389
	0.0008	1.0288	0.0440

	0.0008	1.0256	0.0402
2	0.0008	0.9961	0.0402 *
	0.0007	1.0350	0.0426 *
	0.0007	1.0314	0.0327 *
	0.0008	1.0197	0.0410 *
	0.0007	1.0321	0.0461 *
	0.0007	1.0692	0.0375 *
	0.0008	1.0116	0.0363 *
3	0.0008	1.0068	0.0399 **
	0.0008	0.9961	0.0488 **
	0.0008	0.9928	0.0389 **
	0.0008	1.0097	0.0320 **
	0.0009	0.9966	0.0496 **
	0.0008	0.9995	0.0383 **
	0.0008	1.0243	0.0400 **
4	0.0000 **	1.0153	0.0450
	0.0000 **	1.0100	0.0418
	0.0000 **	0.9773	0.0422
	0.0000 **	0.9591	0.0416
	0.0000 **	0.9711	0.0389
	0.0003 **	0.9803	0.0384
	0.0000 **	0.9840	0.0420
5	0.0008	1.0153	0.0357
	0.0008	1.0184	0.0358
	0.0008	1.0133	0.0366
	0.0008	1.0050	0.0364
	0.0008	1.0034	0.0365
	0.0008	1.0013	0.0363
	0.0008	1.0100	0.0359
6	0.0010 **	1.0104 *	0.0467
	0.0010 **	1.0172 *	0.0430
	0.0010 **	1.1034 *	0.0471
	0.0009 **	1.0790 *	0.0421
	0.0012 **	1.0539 *	0.0440
	0.0012 **	1.0443 *	0.0429
	0.0011 **	1.0382 *	0.0454
7	0.0000 **	0.9280 *	0.0496
	0.0000 **	0.9400 *	0.0429
	0.0000 **	0.9420 *	0.0477
	0.0000 **	0.9110 *	0.0398
	0.0000 **	0.9110 *	0.0449
	0.0000 **	0.9090 *	0.0471
	0.0000	0.9330 *	0.0435
8	0.0007	1.0026	0.0416
	0.0008	0.9932	0.0424

9	0.0008	1.0390	0.0421
	0.0008	1.0234	0.0416
	0.0008	1.0264	0.0398
	0.0008	1.0541	0.0392
	0.0008	1.0221	0.0408
	0.0008	1.0340	-
	0.0008	1.0453	-
	0.0008	1.0378	-
	0.0009	1.0275	-
	0.0009	1.0383	-
	0.0008	1.0310	-
	0.0009	1.0400	-

3.8.3.2 科克伦检验

对各实验室的标准差进行了统计分析，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=9，此时柯克伦检验 5% 临界值为 0.329，1% 临界值为 0.378。n=6，p=8，此时柯克伦检验 5% 临界值为 0.360，1% 临界值为 0.423；n=6，p=7，此时柯克伦检验 5% 临界值为 0.397，1% 临界值为 0.466。重复进行柯克伦检验，直至无离群群值。具体结果如下表：

实验室		样品 1	样品 2	样品 3
		标准偏差		
1		0.00000	0.00743	0.00242
2		0.00004	0.02284	0.00441*
3		0.00004	0.01091	0.00619**
4		0.00011**	0.02037	0.00221
5		0.00001	0.00650	0.00035
6		0.00011**	0.03297 *	0.00197
7		0.00000	0.01435	0.00333
8		0.00004	0.02057	0.00120
9		0.00001	0.00592	-
一次检验	SMax	0.00011	0.03297	0.00619
	C	0.426	0.374	0.450
二次检验	SMax	0.00011	/	0.00441
	C	0.743	/	0.416
二次检验	SMax	0.00004	/	/
	C	0.321	/	/

3.8.3.3 格拉布斯检验

剔除柯克伦检验中离群值，对剩下的单元的平均值进行格拉布斯检验，p=9时格拉布斯检验 5% 临界值为 2.215，1% 临界值为 2.387；p=8时格拉布斯检验 5% 临界值为 2.126，1% 临界值为 2.274；p=7时格拉布斯检验 5% 临界值为 2.020，1% 临界值为 2.139。具体结果如下表：

实验室	样品 1	样品 2	样品 3
-----	------	------	------

	测试平均值%		
1	0.0008	1.0244	0.0415
2	0.0007	1.0279	0.0395
3	0.0008	1.0037	/
4	/	0.9853	0.0414
5	0.0008	1.0095	0.0362
6	/	1.0495	0.0445
7	0.0000**	0.9249*	0.0451
8	0.0008	1.0230	0.0411
9	0.0008	1.0363	-
Max	0.0008	1.0495	0.0451
Min	0	0.9249	0.0362
Gmax	0.526	1.090	1.253
Gmin	2.252	2.296	1.717
Max	0.0008	/	/
Min	0.0007	/	/
Gmax	1.184	/	/
Gmin	1.780	/	/

3.8.3.4 精密度计算

剔除离群值后，Mg 的重复性、再现性计算结果见下表：

样品	样品 1	样品 2	样品 3
T1	0.03	63.59	2.02
T2	0.00	64.26	0.08
T3	42	63	49
T4	294	441	343
T5	0.0000	0.0174	0.0003
Sr ²	0.00000	0.00032	0.00001
SL ²	0.00000	0.00131	0.00001
SR ²	0.00000	0.00163	0.00001
Sr	0.0000	0.0180	0.0026
SR	0.0000	0.0404	0.0038
总平均值	0.0008	1.0094	0.0413
r	0.0001	0.0503	0.0072
R	0.0001	0.1131	0.0107

3.8.4 K 元素分析

3.8.4.1K 元素原始数据

对原始数据标准偏差进行柯克伦检验，保留歧离值，舍弃离群值；再对剩余数据平均值进行格拉布斯检验保留歧离值，舍弃离群值；最后对剩余数据进行统计。

实验室	样品 1	样品 2	样品 3	样品 4
	测试值%			
1	6.89200	0.59900	0.99700	1.43800

	6.94700	0.54800	0.93900	1.47600
	6.88500	0.58400	0.93900	1.41900
	6.84500	0.55300	0.95600	1.39600
	6.87800	0.57600	0.99100	1.37400
	6.75900	0.52700	0.91900	1.43900
	6.79800	0.54000	0.99900	1.40800
2	8.14890	0.57270	1.12240	1.54980
	7.99010	0.56790	1.13130	1.63200
	8.11200	0.56370	1.12770	1.58360
	7.97120	0.56530	1.10540	1.69510
	8.13690	0.56040	1.12280	1.68510
	8.19680	0.57780	1.15000	1.66200
	7.90860	0.56010	1.10010	1.61570
3	6.92300	0.42400	0.82800	1.25600
	6.70500	0.41900	0.81300	1.27600
	7.02600	0.41200	0.83500	1.33900
	6.88600	0.41600	0.86200	1.21800
	6.78400	0.41100	0.84100	1.38000
	6.73800	0.43500	0.82400	1.24200
	6.99900	0.42500	0.85000	1.24600
4	6.63100	0.59900 *	0.86200	1.25400
	6.76200	0.54800 *	0.88300	1.25900
	6.68900	0.58400 *	0.82600	1.30700
	6.92200	0.55300 *	0.80100	1.21700
	6.67300	0.57600 *	0.82200	1.20800
	6.59500	0.52700 *	0.83600	1.30500
	6.56200	0.54000 *	0.84300	1.25700
5	5.93710	0.35337	0.85644	1.03921
	5.88324	0.35187	0.85863	1.04517
	5.98565	0.35489	0.85643	1.04151
	6.11772	0.36276	0.87793	1.03286
	6.10176	0.36685	0.86880	1.04786
	6.06263	0.36768	0.87230	1.06303
	5.98678	0.36266	0.87690	1.06012
6	7.45900	0.54900	1.06300	1.69600
	7.49000	0.54900	1.06300	1.67300
	7.49700	0.54700	1.15800	1.71200
	7.60000	0.54900	1.15500	1.70800
	7.53800	0.57000	1.11000	1.74200
	7.43300	0.55600	1.10600	1.70800
	7.60200	0.56900	1.08200	1.72500
7	7.38000	0.40800	0.84400	1.36000
	7.37000	0.42500	0.87900	1.37000
	7.56000	0.41300	0.87800	1.35000
	7.29000	0.42900	0.87800	1.36000

	7.60000	0.42700	0.85400	1.41000
	7.36000	0.41900	0.85100	1.41000
	7.29000	0.42100	0.85900	1.35000
8	6.83500	0.48800	0.86800	1.38400
	6.87200	0.48500	0.84200	1.38900
	6.95900	0.49200	0.86500	1.41200
	6.95400	0.51600	0.86000	1.42200
	6.97600	0.50400	0.85600	1.38300
	7.04900	0.50400	0.83500	1.41300
	6.93700	0.49400	0.87800	1.34300
9	6.95500	0.42280	1.03400	-
	7.07000	0.42515	1.04525	-
	6.99000	0.42660	1.03775	-
	6.94500	0.42520	1.02750	-
	6.95000	0.43490	1.03825	-
	7.03500	0.42655	1.03100	-
	7.08500	0.42795	1.04000	-

3.8.4.2 科克伦检验

对各实验室的标准差进行了统计分析，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=9, 此时柯克伦检验 5% 临界值为 0.329, 1% 临界值为 0.378。n=6, p=8, 此时柯克伦检验 5% 临界值为 0.360, 1% 临界值为 0.423; n=6, p=7, 此时柯克伦检验 5% 临界值为 0.397, 1% 临界值为 0.466。重复进行柯克伦检验，直至无离群群值。具体结果如下表：

实验室		样品 1	样品 2	样品 3	样品 4
		标准偏差			
1		0.0629	0.0259	0.0326*	0.0333
2		0.1085	0.0065	0.0166	0.0533
3		0.1265	0.0084	0.0165	0.0585
4		0.1212	0.0259*	0.0271	0.0383
5		0.0869	0.0065	0.0095	0.0110
6		0.0660	0.0099	0.0396	0.0217
7		0.1241	0.0076	0.0148	0.0263
8		0.0700	0.0109	0.0150	0.0268
9		0.0590	0.0038	0.0059	-
一次检验	SMax	0.1265	0.0259	0.0396	0.0585
	C	0.195	0.375	0.350	0.316

3.8.4.3 格拉布斯检验

剔除柯克伦检验中离群值，对剩下的单元的平均值进行格拉布斯检验，p=9 时格拉布斯检验 5% 临界值为 2.215, 1% 临界值为 2.387; p=8 时格拉布斯检验 5% 临界值为 2.126, 1% 临界值为 2.274; p=7 时格拉布斯检验 5% 临界值为 2.020, 1% 临界值为 2.139。具体结果如下表：

实验室	样品 1	样品 2	样品 3	样品 4
	测试值%			
1	6.8577	0.5610	0.9629	1.4214
2	8.0664	0.5668	1.1228	1.6319
3	6.8659	0.4203	0.8361	1.2796
4	6.6906	0.5610	0.8390	1.2581
5	6.0107	0.3600	0.8668	1.0471
6	7.5170	0.5556	1.1053	1.7091
7	7.4071	0.4203	0.8633	1.3729
8	6.9403	0.4976	0.8577	1.3923
9	7.0043	0.4270	1.0363	-
Max	8.0664	0.5668	1.1228	1.7091
Min	6.8577	0.4203	0.8361	1.0471
Gmax	1.776	1.021	1.534	1.524
Gmin	1.781	1.576	0.917	1.628

3.8.4.4 精密度计算

K 的重复性、再现性计算结果见下表：

样品	样品 1	样品 2	样品 3	样品 4
T1	443.52	30.59	59.43	77.79
T2	3141.08	15.21	56.83	110.21
T3	63	63	63	56
T4	441	441	441	392
T5	0.4926	0.0107	0.0268	0.0650
Sr ²	0.00912	0.00020	0.00050	0.00135
SL ²	0.33271	0.00631	0.01361	0.04392
SR ²	0.34183	0.00651	0.01411	0.04528
Sr	0.0955	0.0141	0.0223	0.0368
SR	0.5847	0.0807	0.1188	0.2128
总平均值	7.0400	0.4855	0.9433	1.3891
r	0.2674	0.0395	0.0624	0.1031
R	1.6370	0.2260	0.3325	0.5958

3.8.5 Na 元素分析

3.8.5.1 Na 元素原始数据

对原始数据标准偏差进行柯克伦检验，保留歧离值，舍弃离群值；再对剩余数据平均值进行格拉布斯检验保留歧离值，舍弃离群值；最后对剩余数据进行统计。

实验室	样品 1	样品 2	样品 3	样品 4
	测试值	测试值	测试值	测试值
1	11.7540	1.4270	0.6500	7.7220
	11.6170	1.3800	0.6250	7.8360
	11.6040	1.4020	0.6770	7.8270
	11.5460	1.3510	0.6420	7.8840
	11.6510	1.3590	0.6730	7.6430

	11.5260	1.3180	0.6610	7.7930
	11.5920	1.3450	0.6300	7.7590
2	12.0177	1.2140	0.6863	7.8129
	12.0912	1.1312	0.7067	8.0375
	12.1046	1.2228	0.7283	8.1022
	11.9525	1.1936	0.7167	7.8429
	12.0587	1.2052	0.7256	8.1767
	12.2168	1.2580	0.7301	7.9437
	11.9519	1.2463	0.7121	7.8357
3	11.7750	1.4190 **	0.6030	7.6020
	11.7260	1.4390 **	0.5860	8.0280
	11.6560	1.2560 **	0.6390	7.5100
	11.6400	1.2880 **	0.6150	7.6480
	11.5510	1.1660 **	0.6240	7.7240
	11.6720	1.0490 **	0.5900	7.6130
	11.4940	1.1120 **	0.6690	7.5220
4	11.2580	1.8360 *	0.7100	7.6830
	11.1390	1.9240 *	0.7170	7.8980
	11.2170	1.9070 *	0.6890	7.9940
	11.4720	1.9490 *	0.6750	7.9190
	11.2710	1.7210 *	0.7310	7.7110
	11.3350	1.8770 *	0.6760	7.6060
	11.4820	1.8370 *	0.7000	7.7680
5	12.2030	1.4734	0.8087	7.9556
	12.0837	1.4645	0.8068	8.0186
	12.2868	1.4723	0.8060	7.9873
	12.5597	1.4942	0.8209	7.9502
	12.4535	1.5166	0.8142	8.0052
	12.4009	1.5131	0.8153	8.1788
	12.2344	1.5089	0.8189	8.1540
6	11.9100	1.4450	0.7460	8.5150
	11.8600	1.4940	0.7250	8.6250
	11.7840	1.4820	0.8910	8.6150
	11.8090	1.4770	0.8240	8.5100
	11.7440	1.5440	0.8530	8.5640
	11.8960	1.4780	0.7740	8.5700
	11.7960	1.5250	0.8370	8.6600
7	11.8000	1.2500	0.6140	8.0400
	12.3000	1.2700	0.6770	8.0000
	11.9000	1.3300	0.6740	8.0900
	12.1000	1.3500	0.6720	8.0200
	12.1000	1.3100	0.6210	8.2200
	12.0000	1.2900	0.6190	8.1100
	12.0000	1.3200	0.6120	7.9600
8	11.5790	1.3410	0.6500	8.0530

9	11.5290	1.3190	0.6750	8.0050
	11.5450	1.3050	0.6640	8.1470
	11.6570	1.3570	0.6960	8.0060
	11.6870	1.3030	0.6820	8.1030
	11.5210	1.3050	0.6510	8.4290
	11.4890	1.2940	0.6830	7.9100
	11.4800 **	1.2453	0.6615	7.7220
	11.5400 **	1.2600	0.6510	7.8360
	11.5600 **	1.2570	0.6750	7.8270
	11.4800 **	1.2638	0.6495	7.8840
	11.5300 **	1.2968	0.6515	7.6430
	12.5300 **	1.2905	0.6625	7.7930
	12.5100 **	1.2850	0.6620	7.7590

3.8.5.2 科克伦检验

对各实验室的标准差进行了统计分析，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=9, 此时柯克伦检验 5% 临界值为 0.329, 1% 临界值为 0.378。n=6, p=8, 此时柯克伦检验 5% 临界值为 0.360, 1% 临界值为 0.423; n=6, p=7, 此时柯克伦检验 5% 临界值为 0.397, 1% 临界值为 0.466。重复进行柯克伦检验，直至无离群群值。具体结果如下表：

实验室		样品 1	样品 2	样品 3	样品 4
		标准偏差			
1		0.0752	0.0369	0.0202	0.0805
2		0.0935	0.0414	0.0154	0.1438
3		0.0966	0.1484**	0.0292	0.1764
4		0.1282	0.0762*	0.0211	0.1424
5		0.1632	0.0217	0.0059	0.0929
6		0.0616	0.0330	0.0604	0.0565
7		0.1604	0.0350	0.0311	0.0862
8		0.0737	0.0231	0.0173	0.1665
9		0.4899 **	0.0195	0.0091	-
一次检验	SMax	0.4899	0.1484	0.0604	0.1764
	C	0.702	0.637	0.523	0.248
二次检验	SMax	0.1632	0.0762	0.0311	/
	C	0.262	0.461	0.290	/

3.8.5.3 格拉布斯检验

剔除柯克伦检验中离群值，对剩下的单元的平均值进行格拉布斯检验，p=9时格拉布斯检验 5% 临界值为 2.215, 1% 临界值为 2.387; p=8时格拉布斯检验 5% 临界值为 2.126, 1% 临界值为 2.274; p=7时格拉布斯检验 5% 临界值为 2.020, 1% 临界值为 2.139。具体结果如下表：

实验室		样品 1	样品 2	样品 3	样品 4
		测试平均值%			

1	11.6129	1.3689	0.6511	7.7806
2	12.0562	1.2102	0.7151	7.9645
3	11.6449	/	0.6180	7.6639
4	11.3106	1.8644*	0.6997	7.7970
5	12.3174	1.4918	0.8130	8.0356
6	11.8284	1.4921	0.8071	8.5799
7	12.0286	1.3029	0.6413	8.0629
8	11.5724	1.3177	0.6716	8.0933
9	/	1.2712	0.6590	-
Max	12.3174	1.8644	0.8130	8.5799
Min	11.3106	1.2102	0.6180	7.6639
Gmax	1.606	2.169	2.127	2.072
Gmin	1.498	0.988	1.079	1.185

3.8.5.4 精密度计算

K 的重复性、再现性计算结果见下表：

样品	样品 1	样品 2	样品 3	样品 4
T1	660.60	79.23	38.28	447.84
T2	7797.86	114.21	26.35	3585.37
T3	56	56	56	56
T4	392	392	392	392
T5	0.6103	0.0754	0.0200	0.10958
Sr ²	0.01271	0.00157	0.00042	0.00228
SL ²	0.10343	0.04273	0.00364	0.07877
SR ²	0.11615	0.04430	0.00405	0.08106
Sr	0.1128	0.0396	0.0204	0.0478
SR	0.3408	0.2105	0.0637	0.2847
总平均值	11.7964	1.4149	0.6836	7.9972
r	0.3157	0.1110	0.0571	0.1338
R	0.9542	0.5893	0.1783	0.7972

3.8.6 As、Cd、Cr 和 Pb 元素

针对 As、Cd、Cr、Pb 元素，因无合适高含量基体样品，采用基体加标试验进行重复性考察。以样品 1 作为基底样品，制备 3 组试样，每组包含 7 份平行样品；向第一组各平行样中分别加入 10 µg As、Cd、Cr、Pb，向第二组各平行样中分别加入 30 µg As、Cd、Cr、Pb，向第三组各平行样中分别加入 50 µg As、Cd、Cr、Pb，经样品前处理后开展仪器测试。

3.8.6.1 As 元素

As-1

样品	称样量 g	定容体积 mL	本底值%	加 标 量 µg	加标浓度%	测得浓度%	回收率
1	0.2	100	0.0000	10	0.0050	0.0053	106.9%
2	0.2	100	0.0000	10	0.0050	0.0053	106.0%
3	0.2	100	0.0000	10	0.0050	0.0052	103.3%

4	0.2	100	0.0000	10	0.0050	0.0054	108.2%
5	0.2	100	0.0000	10	0.0050	0.0052	104.6%
6	0.2	100	0.0000	10	0.0050	0.0051	102.4%
7	0.2	100	0.0000	10	0.0050	0.0053	106.6%
平均值						0.0053	
标准偏差						0.0001	
相对标准偏差						1.98%	

As-2

样品	称样量 g	定容体积 mL	本底值%	加标量 μg	加标浓度%	测得浓度%	回收率
1	0.2	100	0.0000	30	0.0150	0.0157	104.5%
2	0.2	100	0.0000	30	0.0150	0.0151	100.4%
3	0.2	100	0.0000	30	0.0150	0.0158	105.5%
4	0.2	100	0.0000	30	0.0150	0.0158	105.4%
5	0.2	100	0.0000	30	0.0150	0.0156	104.1%
6	0.2	100	0.0000	30	0.0150	0.0156	104.2%
7	0.2	100	0.0000	30	0.0150	0.0156	103.8%
平均值						0.0156	
标准偏差						0.0003	
相对标准偏差						1.65%	

As-3

样品	称样量 g	定容体积 mL	本底值%	加标量 μg	加标浓度%	测得浓度%	回收率
1	0.2	100	0.0000	50	0.0250	0.0259	103.8%
2	0.2	100	0.0000	50	0.0250	0.0254	101.5%
3	0.2	100	0.0000	50	0.0250	0.0255	101.9%
4	0.2	100	0.0000	50	0.0250	0.0252	100.9%
5	0.2	100	0.0000	50	0.0250	0.0257	102.9%
6	0.2	100	0.0000	50	0.0250	0.0258	103.4%
7	0.2	100	0.0000	50	0.0250	0.0259	103.4%
平均值						0.0256	
标准偏差						0.0003	
相对标准偏差						1.07%	

从试验结果可见, 10 μg 、30 μg 、50 μg 三个加标水平下, As 测定结果的相对标准偏差 RSD 分别为 1.98%、1.65%、1.07%, 方法重复性良好; 加标回收率处于 100.4%-108.2% 区间, 回收效果满足分析要求, 该方法对 As 元素的测试结果可控、可接受。

3.8.6.2 Cd 元素

Cd-1

样品	称样量 g	定容体积 mL	本底值%	加标量 μg	加标浓度%	测得浓度%	回收率
1	0.2	100	0.0000	10	0.0050	0.0054	107.2%

2	0.2	100	0.0000	10	0.0050	0.0054	107.6%
3	0.2	100	0.0000	10	0.0050	0.0053	106.8%
4	0.2	100	0.0000	10	0.0050	0.0054	108.2%
5	0.2	100	0.0000	10	0.0050	0.0054	108.8%
6	0.2	100	0.0000	10	0.0050	0.0053	106.4%
7	0.2	100	0.0000	10	0.0050	0.0054	107.3%
平均值						0.0054	
标准偏差						0.0000	
相对标准偏差						0.74%	

Cd-2

样品	称样量 g	定容体积 mL	本底值%	加标量 μg	加标浓度%	测得浓度%	回收率
1	0.2	100	0.0000	30	0.0150	0.0165	110.0%
2	0.2	100	0.0000	30	0.0150	0.0164	109.1%
3	0.2	100	0.0000	30	0.0150	0.0165	110.0%
4	0.2	100	0.0000	30	0.0150	0.0164	109.4%
5	0.2	100	0.0000	30	0.0150	0.0163	108.9%
6	0.2	100	0.0000	30	0.0150	0.0164	109.6%
7	0.2	100	0.0000	30	0.0150	0.0164	109.0%
平均值						0.0164	
标准偏差						0.0001	
相对标准偏差						0.45%	

Cd-3

样品	称样量 g	定容体积 mL	本底值%	加标量 μg	加标浓度%	测得浓度%	回收率
1	0.2	100	0.0000	50	0.0250	0.0272	109.0%
2	0.2	100	0.0000	50	0.0250	0.0270	108.1%
3	0.2	100	0.0000	50	0.0250	0.0270	108.1%
4	0.2	100	0.0000	50	0.0250	0.0268	107.4%
5	0.2	100	0.0000	50	0.0250	0.0273	109.3%
6	0.2	100	0.0000	50	0.0250	0.0275	109.9%
7	0.2	100	0.0000	50	0.0250	0.0271	108.5%
平均值						0.0272	
标准偏差						0.0002	
相对标准偏差						0.79%	

从试验结果可见, 10 μg 、30 μg 、50 μg 三个加标水平下, Cd 测定结果的相对标准偏差 RSD 分别为 0.74%、0.45%、0.79%, 方法重复性良好; 加标回收率处于 106.4%-110% 区间, 回收效果整体稳定, 该方法对 Cd 元素的测试结果可控、可接受。

3.8.6.3 Cr 元素

Cr-1

样品	称样量 g	定容体积 mL	本底值%	加标量 μg	加标浓度%	测得浓度%	回收率
1	0.2	100	0.0000	10	0.0050	0.0052	103.8%
2	0.2	100	0.0000	10	0.0050	0.0052	103.8%

3	0.2	100	0.0000	10	0.0050	0.0052	103.7%
4	0.2	100	0.0000	10	0.0050	0.0051	102.8%
5	0.2	100	0.0000	10	0.0050	0.0051	102.2%
6	0.2	100	0.0000	10	0.0050	0.0051	102.9%
7	0.2	100	0.0000	10	0.0050	0.0051	103.0%
平均值						0.0052	
标准偏差						0.0000	
相对标准偏差						0.59%	

Cr-2

样品	称样量 g	定容体积 mL	本底值%	加标量 μg	加标浓度%	测得浓度%	回收率
1	0.2	100	0.0000	30	0.0150	0.0156	104.0%
2	0.2	100	0.0000	30	0.0150	0.0155	103.0%
3	0.2	100	0.0000	30	0.0150	0.0155	103.6%
4	0.2	100	0.0000	30	0.0150	0.0156	103.8%
5	0.2	100	0.0000	30	0.0150	0.0154	102.8%
6	0.2	100	0.0000	30	0.0150	0.0155	103.7%
7	0.2	100	0.0000	30	0.0150	0.0155	103.5%
平均值						0.0155	
标准偏差						0.0001	
相对标准偏差						0.40%	

Cr-3

样品	称样量 g	定容体积 mL	本底值%	加标量 μg	加标浓度%	测得浓度%	回收率
1	0.2	100	0.0000	50	0.0250	0.0257	103.0%
2	0.2	100	0.0000	50	0.0250	0.0255	101.8%
3	0.2	100	0.0000	50	0.0250	0.0255	101.9%
4	0.2	100	0.0000	50	0.0250	0.0253	101.1%
5	0.2	100	0.0000	50	0.0250	0.0258	103.1%
6	0.2	100	0.0000	50	0.0250	0.0260	103.9%
7	0.2	100	0.0000	50	0.0250	0.0256	102.4%
平均值						0.0256	
标准偏差						0.0002	
相对标准偏差						0.91%	

从试验结果可见, 10 μg 、30 μg 、50 μg 三个加标水平下, Cr 测定结果的相对标准偏差 RSD 分别为 0.59%、0.40%、0.91%, 方法重复性良好; 加标回收率处于 101.1%-104.0% 区间, 回收效果满足分析要求, 该方法对 Cr 元素的测试结果可控、可接受。

3.8.6.3 Pb 元素

Pb-1

样品	称样量 g	定容体积 mL	本底值%	加标量 μg	加标浓度%	测得浓度%	回收率
1	0.2	100	0.0000	10	0.0050	0.0055	109.3%
2	0.2	100	0.0000	10	0.0050	0.0054	108.6%
3	0.2	100	0.0000	10	0.0050	0.0054	108.5%

4	0.2	100	0.0000	10	0.0050	0.0054	108.4%
5	0.2	100	0.0000	10	0.0050	0.0054	109.0%
6	0.2	100	0.0000	10	0.0050	0.0054	107.2%
7	0.2	100	0.0000	10	0.0050	0.0054	108.6%
平均值						0.0054	
标准偏差						0.0000	
相对标准偏差						0.61%	

Pb-2

样品	称样量 g	定容体积 mL	本底值%	加标量 μg	加标浓度%	测得浓度%	回收率
1	0.2	100	0.0000	30	0.0150	0.0165	109.9%
2	0.2	100	0.0000	30	0.0150	0.0162	108.1%
3	0.2	100	0.0000	30	0.0150	0.0162	108.2%
4	0.2	100	0.0000	30	0.0150	0.0162	107.9%
5	0.2	100	0.0000	30	0.0150	0.0163	108.4%
6	0.2	100	0.0000	30	0.0150	0.0163	108.8%
7	0.2	100	0.0000	30	0.0150	0.0162	108.2%
平均值						0.0163	
标准偏差						0.0001	
相对标准偏差						0.61%	

Pb-3

样品 1	称样量 g	定容体积 mL	本底值%	加标量 μg	加标浓度%	测得浓度%	回收率
1	0.2	100	0.0000	50	0.0250	0.0271	108.5%
2	0.2	100	0.0000	50	0.0250	0.0267	106.8%
3	0.2	100	0.0000	50	0.0250	0.0267	106.8%
4	0.2	100	0.0000	50	0.0250	0.0265	106.0%
5	0.2	100	0.0000	50	0.0250	0.0271	108.3%
6	0.2	100	0.0000	50	0.0250	0.0272	109.0%
7	0.2	100	0.0000	50	0.0250	0.0271	108.5%
平均值						0.0269	
标准偏差						0.0003	
相对标准偏差						1.07%	

从试验结果可见，10 μg 、30 μg 、50 μg 三个加标水平下，Pb 测定结果的相对标准偏差 RSD 分别为 0.61%、0.61%、1.07%，方法重复性良好；加标回收率处于 106.0%-109.9% 区间，回收效果整体稳定，该方法对 Pb 元素的测试结果可控、可接受。