钽铌化学分析方法

第 10 部分：铌中多元素含量的测定

直流电弧原子发射光谱法

编制说明

（送审稿）

宁夏东方钽业股份有限公司

2026.10

钽铌化学分析方法
第 10 部分：铌中多元素含量的测定
直流电弧原子发射光谱法
编制说明

一、工作简况，包括任务来源、制定背景、起草过程等

1.1 任务来源

根据国标委发[2025]58号《国家标准化管理委员会关于下达2025年第十批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知》要求，由宁夏东方钽业股份有限公司牵头负责国家标准《钽铌化学分析方法 第10部分：铌中多元素含量的测定 直流电弧原子发射光谱法》的修订任务，项目计划编号为20255627-T-610，修订标准GB/T 15076.10－2019、GB/T 15076.11－2020，项目周期16个月，完成年限为2027年2月28日，技术归口单位为全国有色金属标准化技术委员会，提出单位为中国有色金属工业协会。

1.2 项目背景

铌新材料在高科技领域有越来越广泛的发展空间。当前，铌新材料已广泛应用在相关高技术产业领域，包括电子、精密陶瓷和精密玻璃工业、电声光器件、硬质合金、宇航及电子能工业、生物医学工程、超导工业以及特种钢等产业，铌及其他特种合金正在快速发展。

铌是很好的电子功能材料，是高科技产业不可或缺的金属材料。随着科技的进步与时代的发展，铌作为许多高科技领域的重要功能性材料，各行业对铌的需求量大增，同时对其性能上的要求也不断提高。

直流电弧原子发射光谱仪具有分辨率高、灵敏度高、低检出限、动态线性范围较宽、固体进样、多元素同时测定等优点，是微量元素的理想分析手段。因此，无论是产业发展需求，还是国家政策需求方向，该标准亟需修订，因此提出对GB/T 15076.10－2019《钽铌化学分析方法 第10部分：铌中铁、镍、铬、钛、锆、铝和锰量的测定 直流电弧原子发射光谱法》、GB/T 15076.11-2020《钽铌化学分析方法 第11部分：铌中砷、锑、铅、锡和铋量的测定 直流电弧原子发射光谱法》进行合整合修订的需求，并增加镁、钙和铜元素含量的测定。本标准修订能够适应当前国家标准方法的整合优化工作需要，可以有效保证铌中铁、铬、镍、锰、钛、铝、铜、锆、钙、镁、砷、锑、铅、锡和铋含量检测结果的一致性和准确性，同时提高检测效率，对铌产品的生产研发、质量保证有重要意义。

1.3 主要参加单位和工作成员及其所做的工作

1.3.1 项目编制组的确定

全国有色金属标准化技术委员会稀有金属分标委（SAC/TC 243/SC3）分别于2025年4月16日-18日在云南省昆明市组织召开的有色金属标准项目论证会和2025年11月10日-12日在浙江省杭州市组织召开《钽铌化学分析方法 第10部分：铌中多元素含量的测定 直流电弧原子发射光谱法》的任务落实会上，确定编制组成员共5家单位。根据标准编制工作任务量，确定了编制组构成，见表1。

表1 编制组成员

起草单位	一验单位	二验单位
宁夏东方钽业股份有限公司	西安汉唐分析检测有限公司	九江有色金属冶炼有限公司、西北稀有金属材料研究院宁夏有限公司、宝钛集团有限公司

1.3.2 主要参加单位情况

宁夏东方钽业股份有限公司是本项目负责起草单位。公司是集科研、生产与技术开发为一体的国有大型稀有金属企业，是国内最大的钽、铌产品生产基地，科技先导型钽、铌研究中心，具有从钽铌湿法冶炼到材料加工的全流程企业；是国家重点高新技术企业、国家首批创新型企业、国家863成果产业化基地、全国专利工作试点企业和国家级企业技术中心；是国际钽铌研究中心（TIC）执委单位；是世界钽工业三强之一。公司在钽、铌及其合金技术领域具有雄厚的研究开发实力，在国内同行业中处于技术领先地位。其综合实力代表了我国钽、铌工业的整体水平，是我国国防、核能、宇航、电子、冶金和化工工业等高新技术领域里重要的稀有金属材料研究、开发、成果转化为一体的综合基地。几十年来承担了我国钽铌特种金属材料领域590多项省部级及以上科研和产业化项目，80多项成果获国家级、省部级科技进步奖。宁夏东方钽业股份有限公司在标准修订过程中负责负责提出标准修订的试验方案、试验报告、试验样品收集与发放以及数据的分析统计，随后与其他标准参编单位共同形成标准征求意见稿，进行广泛的征集，并负责在标准讨论会、预审会、审定会上进行项目介绍及答辩，最终形成报批稿，协助有色金属标准化技术委员会秘书处完成标准的报批工作。

西安汉唐分析检测有限公司为第一验证单位。公司是西北有色金属研究院控股子公司，成立于2018年，是专业从事金属材料测试评价技术服务的第三方独立法人机构，是国家专精特新“小巨人”企业、国家高新技术企业、国家知识产权优势企业、科技中小型企业、陕西省专精特新企业、西安市军民融合企业。该单位在标准修订过程中负责队标准文稿中确定的每一个参数条件进行验证，并对样品进行检测，对试验方案、标准征求意见稿、研究报告提出修改意见，协调起草单位完成标准征求意见稿的校核工作。

九江有色金属冶炼有限公司为第二验证单位。公司是中国规模较大、装备精良、品种齐全的钽铌冶炼企业，科研开发和生产技术实力雄厚，以钽铌高技术新材料产业成为国家重点稀有金属生产基地。经营有色金属钽、铌、钨、钼冶炼、压延加工等。该单位按照试验报告提供的方法对样品进行了分析，提供了精密度数据，并对标准征求意见稿提出修改意见。

西北稀有金属材料研究院宁夏有限公司为第二验证单位。公司是国内唯一的铍材研究和生产基地，国家高新技术企业，建有宁夏特种材料重点实验室等创新平台，是中国铍产业技术创新战略联盟理事长单位，国防科技工业协作配套重点单位，主持多项铍及铍合金国家军用标准或行业标准制修订，参与多项钽、铌、铟、锡等其他行业的标准验证工作。该单位按照试验报告提供的方法对样品进行了分析，提供了精密度数据，并对标准征求意见稿提出修改意见。

宝钛集团有限公司为第二验证单位。公司是我国规模最大、体系最完整的钛及钛合金研发制造企业，拥有钛、装备设计制造、新产业等三大板块，控股宝钛股份（600456）、宝色股份（300402）两大上市公司，钛材产量世界第一，综合实力居全球钛行业前三位。自1965年建企以来，宝钛集团取得重大科技成果700多项。构建了从海绵钛制备，到熔炼、加工、深加工及装备制造的全产业链，使我国成为全球第四个拥有完整钛工业体系的国家，引领宝鸡建成全球规模最大的钛产业集群。主导制定钛标准110多项，占我国该领域标准的90%以上，全面支撑了我国航空、航天、海洋和民用等多领域用钛需要。该单位按照试验报告提供的方法对样品进行了分析，提供了精密度数据，并对标准征求意见稿提出修改意见。

标准起草单位宁夏东方钽业股份有限公司在标准编制的过程中主动收集国内外相关技术标准，并对国内钽铌生产企业和第三方检验机构等单位调研铌中铁、铬、镍、锰、钛、铝、铜、锆、钙、镁、砷、锑、铅、锡和铋含量测定的检测及应用情况，结合公司现有的分析方法，并收集相关试验样品，通过相关试验统计数据编制试验报告、标准文本及标准编制说明，对收集的意见进行汇总处理。

第一验证单位在标准修订过程中积极配合起草单位开展试验验证工作，对研究报告中的各项实验参数进行验证，提供试验样品的精密度数据，对标准文本提出意见；第二验证单位在标准修订过程中，提供试验样品的精密度数据，对标准的编制提供了提供有力支撑。

本标准验证样品共计 9 个统一样（铌中多杂-1~铌中多杂-9），包含铌锭、铌粉、氧化铌等牌号的样品，样品均来自宁夏东方钽业股份有限公司。

1.3.3 本标准起草人员及其工作职责

本标准主要草人及其工作职责见表 2。

表 2　主要起草人及其工作职责

起草人	所做工作
许宁辉、张俊峰	负责方法的起草，试验研究，各阶段标准文本、编制说明的编写； 验证样品的收集与确认，验证试验方案的制定，试验数据统计和分析，组织协调各验证单位顺利完成验证工作。
张永龙、段翔翔、周燕	负责试验开展及数据积累
邢银娟、袁瑞	负责方法的一验工作，协助样品的收集和选取，对方法的技术参数及技术条件进行验证，完成验证样品的精密度原始数据，对标准文本提出修改意见。
葛芸、杨丽、白英丽、李笑、罗策	负责方法的二验工作，完成验证样品的精密度原始数据，对标准文本提出修改意见。

1.4 主要工作过程

宁夏东方钽业股份有限公司在接到标准修订任务后，成立了标准编制组，召开了标准项目编制启动会议，对标准编写工作进行了部署和分工，主要工作过程经历了以下几个阶段。

1.4.1 预研阶段

GB/T 15076.10－2019《钽铌化学分析方法 第 10 部分：铌中铁、镍、铬、钛、锆、铝和锰量的测定 直流电弧原子发射光谱法》、GB/T 15076.11-2020《钽铌化学分析方法 第 11 部分：铌中砷、锑、铅、锡和铋量的测定 直流电弧原子发射光谱法》发布实施以来，由于 YS/T 1457-2022《熔炼铌》、GB/T 38974-2020《增材制造用铌及铌合金粉》、GB/T 3630-2015《铌板材、带材和箔材》、YS/T 428-2012《五氧化二铌》等产品标准的实施，GB/T 15076.10-2019 和 GB/T 15076.11-2020 的测定范围和测定元素已不能完全覆盖检测需求，因此有必要对 GB/T 15076.10-2019 进行修订，确保标准适应行业变化和市场需求。而现有分析设备直流电弧原子发射光谱仪可同时测定铌中铁、铬、镍、锰、钛、铝、锆、钙、镁、铜、砷、锑、铅、锡和铋等元素含量，通过从试料处理及配置、测定条件等方面做了大量试验研究，并已应用到日常铌样品的分析检测工作中，使用直流电弧原子发射光谱法同时测定铌中铁、铬、镍、锰、钛、铝、铜、锆、钙、镁、砷、锑、铅、锡和铋含量的方法是可行的。因此将 GB/T 15076.10－2019《钽铌化学分析方法 第 10 部分：铌中铁、镍、铬、钛、锆、铝和锰量的测定 直流电弧原子发射光谱法》和 GB/T 15076.11-2020《钽铌化学分析方法 第 11 部分：铌中砷、锑、铅、锡和铋量的测定 直流电弧原子发射光谱法》整合修订为《钽铌化学分析方法 第 10 部分：铌中多元素含量的测定 直流电弧原子发射光谱法》，并形成了《钽铌化学分析方法 第 10 部分：铌中多元素含量的测定 直流电弧原子发射光谱法》标准草案等材料。

表 3　产品标准中化学成分规格

元素	YS/T 548-2007《高纯五氧化二铌》	YS/T 428-2012《五氧化二铌》	YS/T 258-2014《冶金用铌粉》	GB/T 24485-2009《碳化铌粉》	YS/T 1457-2022《熔炼铌》	GB/T 38974-2020《增材制造用铌及铌合金粉》	YS/T 656-2015《铌及铌合金加工产品牌号和化学成分》
Fe	0.0005	0.0050	0.010	0.10	0.0010	0.010	0.0020

Cr	0.0003	0.0020	0.0050	0.10	0.0010	0.0050	0.0010
Ni	0.00003	0.0020	0.0050	/	0.0010	0.0050	0.0010
Mn	0.0001	0.0020	0.0030	0.0050	0.0010	/	0.0010
Ti	0.0001	0.0010	0.0030	0.0050	0.0010	0.0050	0.0010
Al	0.0001	0.0020	0.010	0.0050	0.0050	/	0.0020
Cu	0.0001	0.0020	0.0030	/	0.0010	/	0.0010
Zr	0.0001	0.0020	/	/	0.0010	0.020	0.0010
Ca	0.0003	0.0020	0.0050	/	/	/	/
Mg	0.0002	0.0020	0.0050	/	/	/	/
As	0.0005	0.0020	/	/	/	/	/
Sb	0.0006	/	/	/	/	/	/
Pb	0.0003	0.0010	/	/	/	/	/
Sn	0.0001	0.0020	0.0050	/	/	/	/
Bi	0.0001	/	/	/	/	/	/
备注	1.GB/T 3630-2006《铌板材、带材和箔材》中化学成分符合 YS/T 656-2015《铌及铌合金加工产品牌号和化学成分》的规定。 2.表中未注明“主体”的，均为产品的化学成分。						

标准起草单位通过电话咨询方式，分别向西安汉唐分析检测有限公司、宝钛集团有限公司、九江有色金属冶炼有限公司、稀美资源（广东）有限公司、浙江创欣新材料有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、新疆湘润新材料科技有限公司、广东广晟稀有金属光电新材料有限公司以及第三方检测机构等同行就铌中铁、铬、镍、锰、钛、铝、铜、锆、钙、镁、砷、锑、铅、锡和铋元素含量的测定的检测方法进行了全面调研，并于 2025 年 4 月 17 日宁夏东方钽业股份有限公司向全国有色金属标准化技术委员会稀有分标委（SAC/TC 243/SC3）提交了《钽铌化学分析方法 第 10 部分：铌中多元素含量的测定 直流电弧原子发射光谱法》标准修订的项目建议书、标准草案等材料，经过全国有色金属标准化技术委员会稀有金属分标委委员的讨论、同意后，开始方法的预研工作，由秘书处上报给国家标准化管理委员会。

2025 年 1 月宁夏东方钽业股份有限公司将收集好的试验样品共计 9 个进行方法试验，包含铌锭、铌粉、碳化铌、氧化铌等牌号的铌样品，并于 3 月完成所有试验工作。

表 4 本标准试验样品的基本信息

序号	牌号	品属	样品状态	序号	牌号	品属	样品状态
1	铌中多杂-1	五氧化二铌	粉末状	6	铌中多杂-6	碳化铌	粉末状
2	铌中多杂-2	五氧化二铌	粉末状	7	铌中多杂-7	铌锭	颗粒状
3	铌中多杂-3	铌粉	粉末状	8	铌中多杂-8	五氧化二铌	粉末状
4	铌中多杂-4	碳化铌	粉末状	9	铌中多杂-9	五氧化二铌	粉末状

2025 年 4 月-5 月，宁夏东方钽业股份有限公司将试验样品、标准文本和研究报告分别寄给一验单位西安汉唐分析检测有限公司和二验单位九江有色金属冶炼有限公司、西北稀有金属材料研究院宁夏有限公司、宝钛集团有限公司。由一验单位对条件试验、精密度和准确度进行验证，二验单位对精密度试验进行验证。

2025 年 6 月-11 月，验证单位完成验证工作，将验证报告返给主起草单位，主起草单位汇总全部的精密度试验数据并进行统计和分析，采纳各家验证报告中提出的合理性意见和建议，并优化实验步骤，完善标准文本，形成标准文本和编制说明讨论稿。

2025 年 9 月 15 日，国家标准化管理委员会在网站上对拟立项国家标准项目《钽铌化学分析方法 第 10 部分：铌中多元素含量的测定 直流电弧原子发射光谱法》，向社会公开征求意见。

1.4.2 立项阶段

2025 年 10 月 31 日，国家标准化管理委员会发布了《关于下达 2025 年第十批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知》（国标委发[2025]58 号），正式下达该标准的制修订计划，标准名称为《钽铌化学分析方法 第 10 部分：铌中多元素含量的测定 直流电弧原子发射光谱法》，项目计划编号为 20255627-T-610，项目周期为 16 个月，完成年限为 2027 年 2 月，技术归口单位为全国有色金属标准化技术委员会。

1.4.3 征求意见阶段

编制组通过发函，全国有色金属标准化技术委员会在中国有色金属标准质量信息网挂网（www.cnsmq.com）和会议讨论等形式对《钽铌化学分析方法 第 10 部分：铌中多元素含量的测定 直流电弧原子发射光谱法》征求意见稿进行意见征询。

2026 年 4 月 22 日-23 日在重庆市全国有色金属标准工作会议，会上对 《第 10 部分：铌中多元素含量的测定 直流电弧原子发射光谱法》（征求意见稿）进行意见征询。会上有来自赣州有色金属研究所有限公司、厦门钨业股份有限公司、国核宝钛锆业股份公司、国标（北京）检验认证有限公司、西部超导材料科技股份有限公司、崇义章源钨业股份有限公司等三十多家单位的四十余位专家代表对标准文本及编制说明等进行了充分、细致的讨论，并提出修改意见：

（1）5.23 中，标注电极尺寸标注加工精度；

（2）6.2 中，将“直流电弧原子发射光谱仪”按要求进行表述；

（3）8.4 中，将“主标样”配制放到第 5 章“试剂或材料”中；

（4）8.9 中，低水平样本的“R”与“r”一致，需进行调整。

在征求意见阶段，起草单位将征求意见稿通过邮件、会议、网上公开等方式发至 15 家单位。其中收到征求意见稿后，回函的单位数为 15，回函并有建议或意见的单位数为 6 个，详见《征求意见稿意见汇总处理表》。征求意见单位涵盖生产企业、使用企业、第三方检测机构及科研院所、范围广泛且具代表性，编制组根据各家单位的意见，对征求意见稿进行修改完善，于 2026 年 6 月形成《钽铌化学分析方法 第 10 部分：铌中多元素含量的测定 直流电弧原子发射光谱法》（征求意见稿）。

1.4.4 审查阶段

1.4.5 报批阶段

二、国家标准编制原则、主要内容及其确定依据，修订国家标准时，还包括修订前后技术内容的对比

（一）国家标准编制原则

2.1.1 规范性

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》、GB/T 6379.2-2004《测量方法的结果与准确度（正确性与精密度） 第 2 部分：确定标准化测量方法重复性和再现性的基本方法》的要求进行编写，并且遵守国家安全、卫生、环保等法律、法规的要求。

2.1.2 适用性

依据产品标准 YS/T 548-2007《高纯五氧化二铌》、GB/T 24485-2009《碳化铌粉》、YS/T 258-2011

《冶金用铌粉》、YS/T 428-2012《五氧化二铌》、YS/T 656-2015《铌及铌合金加工产品牌号和化学成分》、GB/T 3630-2015《铌板材、带材和箔材》、GB/T 38974-2020《增材制造用铌及铌合金粉》、YS/T 1457-2022《熔炼铌》、YS/T 1560-2022《高纯铌锭》、YS/T 1638-2023《超导铌板》等要求，并结合铌行业生产、科研和使用的实际需求，反映了当前国内各生产企业的技术水平，宜于应用，经济上合理，兼顾现有资源的合理配置，提高了本标准的适用性。

2.1.3 先进性

本文件采用分辨率高、灵敏度高、低检出限、动态线性范围较宽、固体进样、多元素同时测定的直流电弧原子发射光谱法测定铌中多元素含量，在国内实验室普遍具备此设备能力，能很好地满足行业对铌中多元素含量的分析测试需求，具有可操作性，同时提高了检测效率。本文件涉及的内容，技术水平不低于当前国内先进水平。

（二）标准主要内容的确定依据及修订前后技术内容的对比

本文件是在充分调研生产的实际水平后完成的。

由于 YS/T 1457-2022《熔炼铌》、GB/T 38974-2020《增材制造用铌及铌合金粉》、GB/T 3630-2015《铌板材、带材和箔材》、YS/T 428-2012《五氧化二铌》等产品标准的实施，GB/T 15076.10-2019 和 GB/T 15076.11-2020 的测定范围和测定元素已不能完全覆盖检测需求。鉴于此，确有必要对 GB/T 15076.10-2019 进行修订，确保标准适应行业变化和市场需求。现有直流电弧原子发射光谱仪可以同时测定铌中多元素含量，同时考虑标准体系优化要求，实现了铌中铁、铬、镍、锰、钛、铝、锆、钙、镁、铜、砷、锑、铅、锡和铋元素的同时测定。本文件与 GB/T 15076.10－2019、GB/T 15076.11－2020 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

a)增加了镁、钙和铜的测定，满足YS/T 548-2007《高纯五氧化二铌》、YS/T 428-2012《五氧化二铌》、GB/T 24485-2009《碳化铌粉》、YS/T 258-2011《冶金用铌粉》等标准对钙、镁和铜含量的需要。

b)更改了铁、铬、镍、锰、钛、铝、锆、砷、锑、铅、锡和铋含量的测定范围，铁和铬的测定范围由0.0003%～0.030%更改为0.0003%～0.10%，镍、铅的测定范围由0.0003%～0.030%更改为0.0003%～0.050%，钛、锆、锰的测定范围由0.0001%～0.030%更改为0.0001%～0.050%，砷的测定范围由0.0010%～0.030%更改为0.0003%～0.050%，锑的测定范围由0.0004%～0.030%更改为0.0003%～0.050%，铋的测定范围由0.0001%～0.030%更改为0.0001%～0.050%，锡的测定范围由0.0001%～0.030%更改为0.0001%～0.10%，铝的测定范围0.0002%～0.030%更改为0.0001%～0.10%，可以满足GB/T 3630-2015《铌板材、带材和箔材》、YS/T 258-2011《冶金用铌粉》、GB/T 38974-2020《增材制造用铌及铌合金粉》、YS/T 656-2015《铌及铌合金加工产品牌号和化学成分》、GB/T 24485-2009《碳化铌粉》、YS/T 1457-2022《熔炼铌》等标准和铌过程产品生产以及高质化发展的需要；

c)增加了“箱式电阻炉”，通过使用箱式电阻炉将试料经高温灼烧，保证了铌全部转化成五氧化二铌；

d)更改了“标样配制”，由于铌中杂质元素含量的测定范围不同，需要绘制不同的工作曲线范围，以保证测定结果的准确性；

e)更改了“测定条件”，增加了预燃电流为 3A，曝光时间由 50s 更改为 58s。当预燃电流设置为 1A、2A 时不易激发，出现断弧现象；预燃电流设置为 3A 时，电弧稳定；预燃电流在 4A 及以上时，样品出现烧蚀现象，电流越大烧蚀越严重，故选择预燃电流为 3A；由于铁、锰、铜、钙、镁、砷、锑、锡元素的积分结束时间为 60s，因此选用曝光总时间为 60s（包括预燃时间 2s 和曝光时间 58s），以保证测定结果的准确性。

2.2.1 铌中多元素测定范围的确定

在确定铌中多元素含量的测定范围时，参考了 YS/T 548-2007《高纯五氧化二铌》、GB/T 24485-2009《碳化铌粉》、YS/T 258-2011《冶金用铌粉》、YS/T 428-2012《五氧化二铌》、YS/T 656-2015《铌及铌合金加工产品牌号和化学成分》、GB/T 3630-2015《铌板材、带材和箔材》、GB/T 38974-2020《增材制造用铌及铌合金粉》、YS/T 1457-2022《熔炼铌》、YS/T 1560-2022《高纯铌锭》、YS/T 1638-2023《超导铌板》等产品标准和国内外客户技术协议对铁、铬、镍、锰、钛、铝、锆、钙、镁、铜、砷、锑、铅、锡和铋含量的要求，并结合当前生产、科研以及预期对铌中铁、铬、镍、锰、钛、铝、锆、钙、镁、铜、砷、锑、铅、锡和铋含量的测定要求，经过实验，确定了标准测定范围：铁（Fe）0.0003%～0.10%，铬（Cr）0.0003%～0.10%，镍（Ni）0.0003%～0.050%，锰（Mn）0.0001%～0.050%，钛（Ti）0.0001%～0.050%，铝（Al）0.0001%～0.10%，铜（Cu）0.0001%～0.050%，锆（Zr）0.0001%～0.050%，钙（Ca）0.0003%～0.050%，镁（Mg）0.0003%～0.050%，砷（As）0.0003%～0.050%，锑（Sb）0.0003%～0.050%，铅（Pb）0.0003%～0.050%，锡（Sn）0.0001%～0.10%，铋（Bi）0.0001%～0.050%。

2.2.2 电极间距的选择

合理的电极间距是保证样品激发的前提，电极间距过小，样品激发时容易引起短路，而电极间距过大则不易于激发。当电极间距为 2mm 时，激发稳定，当电极间距为 3mm 和 4mm 时，电弧弧光较强，呈飘逸状态，故电极间距选择 2mm。

经第一验证单位（西安汉唐分析检测有限公司）试验验证，得到的结论与主起草单位一致。

2.2.3 分析谱线的选择

直流电弧是一项发射过程中分离出不同元素的分析技术。电弧一旦形成，样品中的杂质便以不同的速率被释放出来。每个杂质元素一旦挥发，由于处在激发态，便发射出特征波长光谱，通过光学系统可得到可测量的发射信号。每个元素的发射信号可以选择合适的积分时间，以便获得最大的信噪比。本方法所用利曼直流电弧光谱仪采用全谱CID技术多通道检测，选择分析元素波长时应消除基体干扰和第三元素影响。通过光斑采集、扫描峰的定位等手段，选择灵敏度高，信噪比大，干扰小的元素波长，确定各元素谱线波长见表5。

表 5　各元素谱线波长

元素	波长/nm	元素	波长/nm
铁	259.940	钙	443.496
铬	302.156	镁	278.142
镍	305.082	砷	234.984
锰	257.610	锑	231.147
钛	336.121	铅	283.307
铝	257.510	锡	317.502
铜	223.008	铋	298.903
锆	343.823	-	-

经第一验证单位（西安汉唐分析检测有限公司）试验验证，得到的结论与主起草单位一致。

2.2.4 时序分析

在全谱范围内（175nm～1100nm）选择各元素的谱线，用0.030%标准试样做时序分析曲线，选择合适的积分时间，各元素蒸发曲线见图1。

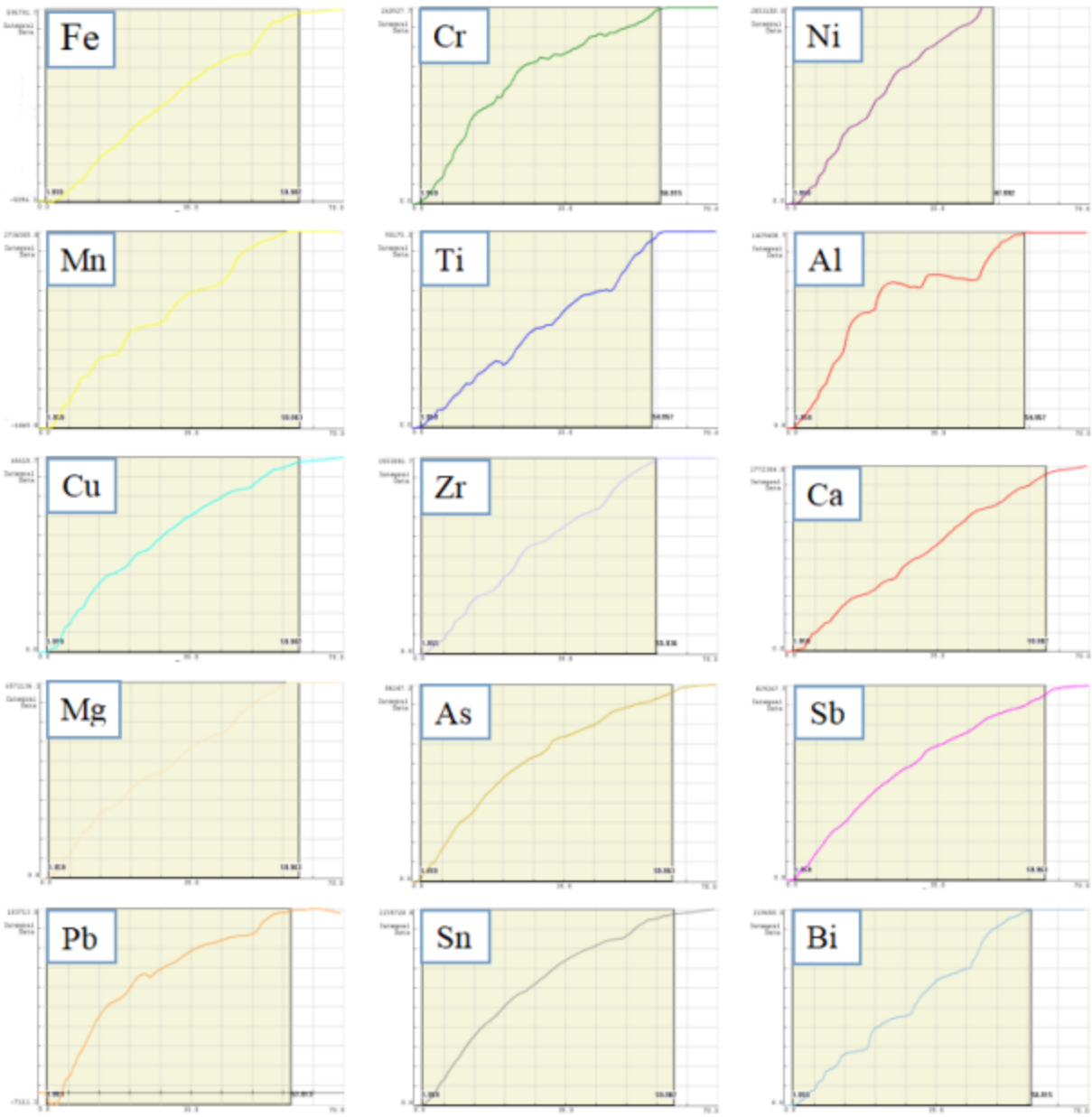

图 1　各元素蒸发曲线

根据蒸发曲线选择各元素的积分时间，见表6。

表 6　各元素积分开始及结束时间

元素	开始时间/s	结束时间/s	元素	开始时间/s	结束时间/s
铁	2	60	钙	2	60
铬	2	57	镁	2	60
镍	2	48	砷	2	60
锰	2	60	锑	2	60
钛	2	55	铅	2	58
铝	2	55	锡	2	60
铜	2	60	铋	2	57
锆	2	56	–	–	–

根据各元素积分结束时间，选择曝光总时间为 60s。

经第一验证单位（西安汉唐分析检测有限公司）试验验证，得到的结论与主起草单位一致。

2.2.5 扫描峰及工作曲线

试验中扫描峰定位选用含量为0.10%的标准点。各元素扫描峰、工作曲线见图2～图16。

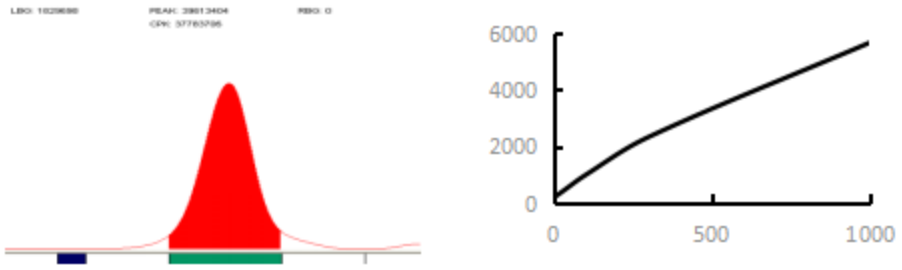

图 2　Fe 元素扫描峰及工作曲线

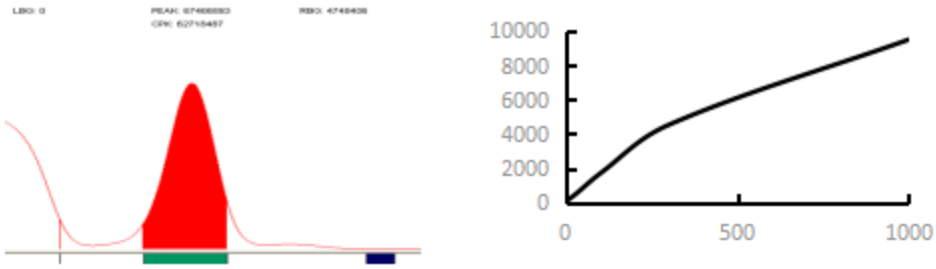

图 3　Cr 元素扫描峰及工作曲线

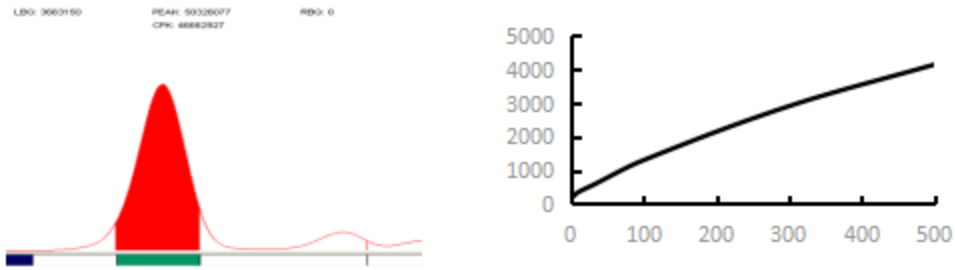

图 4　Ni 元素扫描峰及工作曲线

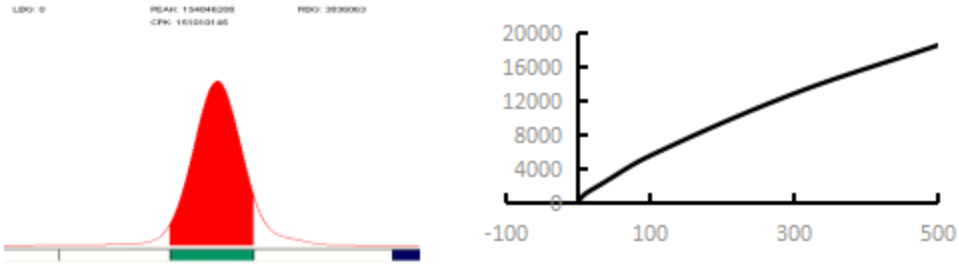

图 5 Mn 元素扫描峰及工作曲线

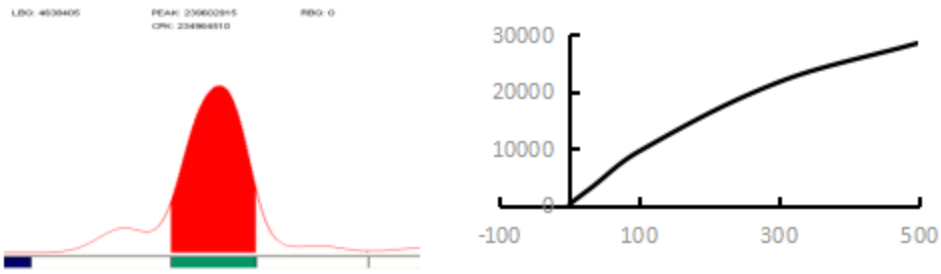

图 6　Ti 元素扫描峰及工作曲线

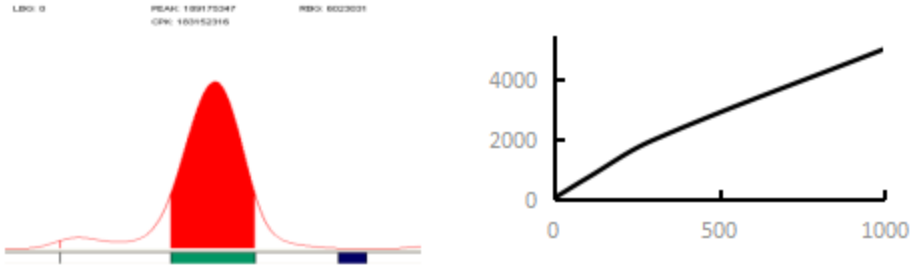

图 7　Al 元素扫描峰及工作曲线

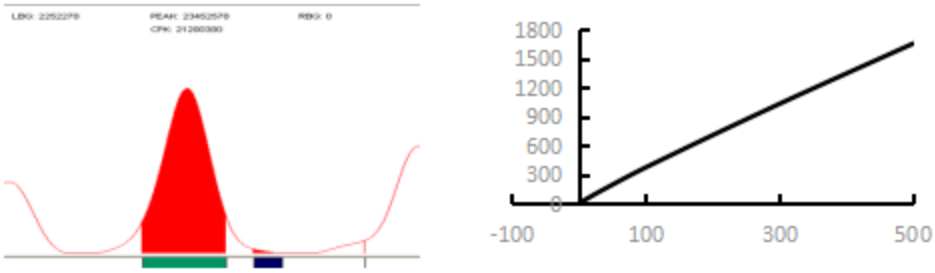

图 8　Cu 元素扫描峰及工作曲线

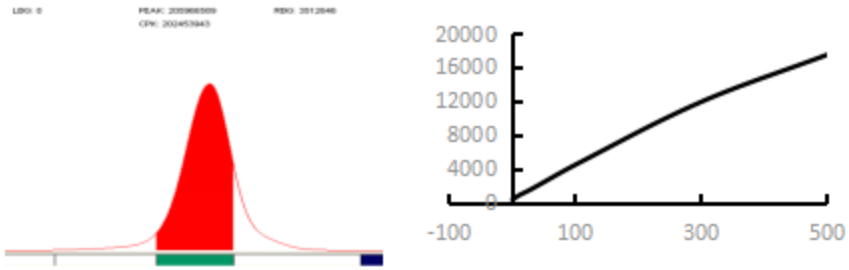

图 9　Zr 元素扫描峰及工作曲线

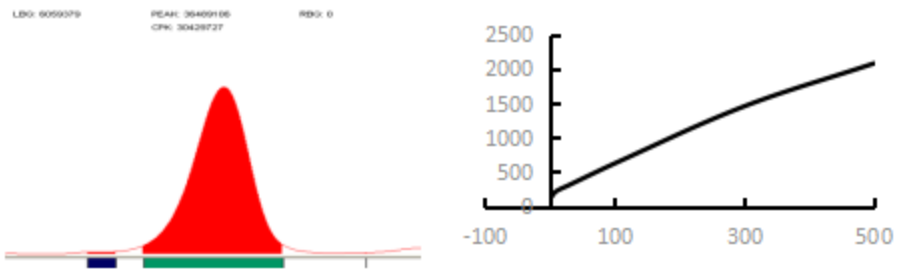

图 10　Ca 元素扫描峰及工作曲线

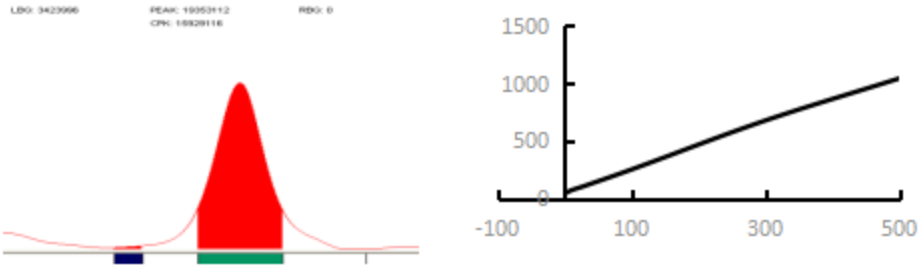

图 11　Mg 元素扫描峰及工作曲线

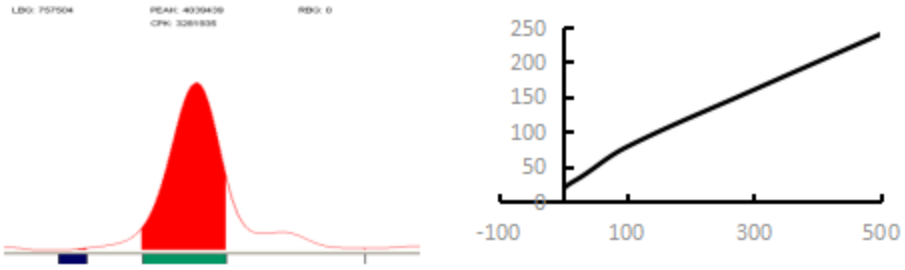

图 12　As 元素扫描峰及工作曲线

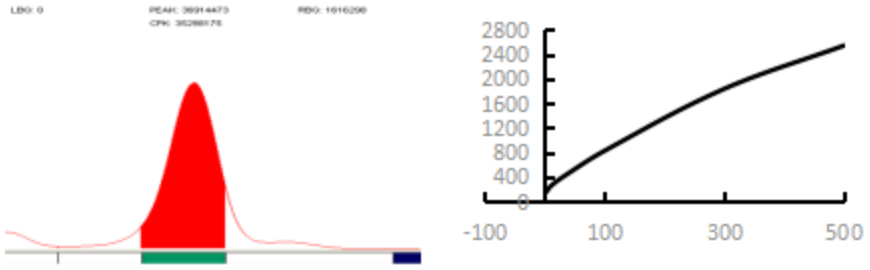

图 13　Sb 元素扫描峰及工作曲线

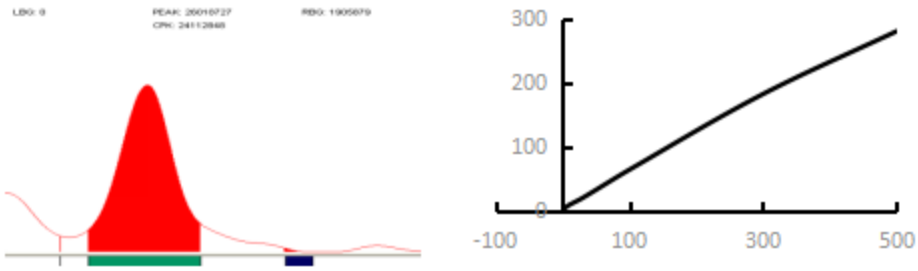

图 14 Pb 元素扫描峰及工作曲线

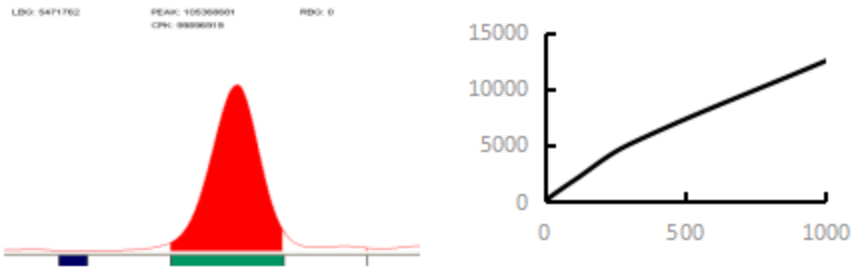

图 15　Sn 元素扫描峰及工作曲线

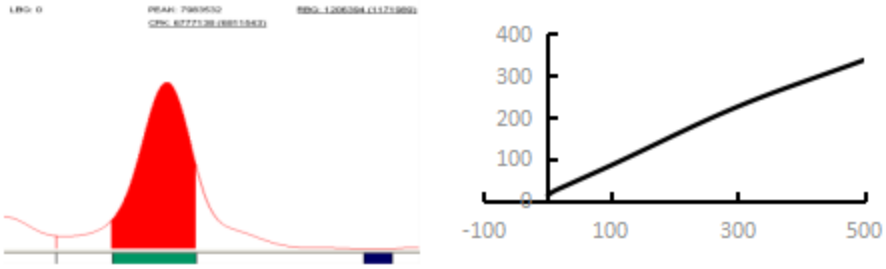

图 16　Bi 元素扫描峰及工作曲线

由图 2~图 16 可以看出，铁、铬、镍、锰、钛、铝、铜、锆、钙、镁、砷、锑、铅、锡、铋元素扫描峰位置突出，背景校正点处于较低位置，工作曲线线性良好。

铁、铬、镍、锰、钛、铝、铜、锆、钙、镁、砷、锑、铅、锡、铋元素的背景校正点、曲线方程及相关系数见表 7。

表 7 各元素背景校正点、工作曲线及相关系数

元素	左背景	右背景	工作曲线方程	相关系数
Fe	3	-	$y=1.2776\times10^{-11}x^2+1.0733\times10^{-5}x-1.8800$	0.9999
Cr	-	2	$y=8.2269\times10^{-11}x^2+2.9495\times10^{-4}x+8.6670$	0.9999
Ni	1	-	$y=1.2813\times10^{-13}x^2+7.0891\times10^{-6}x-1.3828$	0.9999
Mn	-	1	$y=6.2971\times10^{-15}x^2+1.5689\times10^{-6}x-3.9258$	0.9999
Ti	1	-	$y=4.2461\times10^{-14}x^2+4.9118\times10^{-3}x+5.6506$	0.9999
Al	-	3	$y=1.5011\times10^{-13}x^2+1.2278\times10^{-5}x+0.4408$	0.9999
Cu	-	4	$y=2.0098\times10^{-13}x^2+2.6869\times10^{-5}x-0.1107$	0.9999
Zr	-	5	$y=4.9993\times10^{-13}x^2+2.0016\times10^{-6}x-2.6419$	0.9999
Ca	4	-	$y=1.1496\times10^{-13}x^2+1.2546\times10^{-6}x-0.7584$	0.9999
Mg	5	-	$y=5.6368\times10^{-13}x^2+4.3718\times10^{-5}x-1.8359$	0.9999
As	3	-	$y=3.8508\times10^{-11}x^2+1.3952\times10^{-4}x-0.2804$	0.9999
Sb	-	1	$y=3.9911\times10^{-13}x^2+9.9860\times10^{-6}x-1.4216$	0.9999
Pb	-	5	$y=6.7761\times10^{-13}x^2+1.4012\times10^{-5}x-1.3920$	0.9999
Sn	3	-	$y=2.7246\times10^{-14}x^2+4.6060\times10^{-6}x+3.1301$	0.9999
Bi	-	2	$y=6.7329\times10^{-11}x^2+6.6436\times10^{-5}x-1.0461$	0.9999

经第一验证单位（西安汉唐分析检测有限公司）试验验证，得到的结论与主起草单位一致。

2.2.6 预燃电流及时间的选择

预燃阶段的核心目标是为后续的精确测量创造一个稳定、纯净的激发环境。当预燃电流过小，样品不易激发；预燃电流过大，会造成样品的烧蚀。

预燃电流设置为 1A、2A时不易激发，出现断弧现象；预燃电流设置为 3A时，电弧稳定；预燃电流在 4A及以上时，样品出现烧蚀现象，电流越大烧蚀越严重，故选择预燃电流为 3A。

采用预燃曲线法来确定预燃时间。设置预燃电流 3A，测定标准点 0.0010%铁、铬、镍、锰、钛、铝、铜、锆、钙、镁、砷、锑、铅、锡、铋元素谱线的光强度，结果见表 8：

表 8　预燃时间选择实验

元素	预燃时间（s）						
	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5	3.0	4.0
Fe	5096	5606	5030	4933	4873	5125	5734
Cr	1348	1434	2769	3532	4416	5358	7589
Ni	897	1124	1038	1514	1439	1634	1432
Mn	1465	1568	1498	1573	1653	1735	1556
Ti	2039	2134	2567	2637	3068	3731	5052
Al	3965	4126	4325	4438	4678	4728	5034
Cu	1563	1439	1593	1618	1682	1527	1723
Zr	1553	1601	1582	1736	1886	1991	1873
Ca	1772	1812	1658	1703	1780	1847	1637
Mg	6571	6421	6630	6796	7032	8335	9723
As	841	1023	1227	1538	1789	2055	4325
Sb	829	978	1052	997	1134	1258	1535
Pb	1037	1157	938	1058	987	1124	1013
Sn	2235	2327	2287	2159	2416	2556	2397
Bi	2196	2253	2301	2038	2257	2424	2587

通过试验现象发现 Fe、Ni、Mn、Cu、Zr、Ca、Pb、Sn 和 Bi 元素谱线的光强度随着预燃时间的增加变化较小，Cr、Ti、Al、Mg、As 和 Sb 元素谱线的光强度随着预燃时间的增加有上升趋势，综合考虑检测效率和样品烧蚀问题，预燃时间选择 2.0s。

2.2.7 激发电流的选择

DC Arc 直流电弧光谱仪激发电流的范围为 0～30A，在不同激发电流下分别测定标准点 0.0010%铁、铬、镍、锰、钛、铝、铜、锆、钙、镁、砷、锑、铅、锡、铋元素的光强度，结果见表 9：

表 9　激发电流选择实验

元素	激发电流（A）						
	9	12	15	15.5	16	18	20
Fe	901608	1236491	1442573	2576023	2550263	2447222	2395701
Cr	644805	884304	1031688	1842300	1823877	1750185	1713339
Ni	1106172	1517036	1769876	3160492	3128887	3002467	2939258
Mn	3374259	4627556	5398815	9640741	9544334	9158704	8965889
Ti	3753614	5147814	6005783	10724612	10617366	10188381	9973889
Al	373487	512211	597579	1067106	1056435	1013751	992409
Cu	129425	177498	207081	369787	366089	351298	343902
Zr	2555561	3504769	4088897	7301602	7228586	6936522	6790490
Ca	2410363	3305640	3856581	6886751	6817883	6542413	6404678
Mg	252125	345772	403400	720358	713154	684340	669933
As	80161	109935	128258	229032	226742	217580	213000
Sb	876683	1202308	1402692	2504808	2479760	2379568	2329471
Pb	604605	829173	967368	1727443	1710169	1641071	1606522
Sn	799587	1096576	1279339	2284534	2261689	2170307	2124617

Bi	315098	432134	504157	900280	891277	855266	837260

通过试验现象发现激发电流由 9A～15.5A，各元素光强度逐渐增大，激发电流由 15.5A～20A，各元素光强度开始衰减：激发电流小于 9A 样品不易激发，激发电流过高影响仪器使用寿命，综合考虑激发电流使用 15.5A。

经第一验证单位（西安汉唐分析检测有限公司）试验验证，得到的结论与主起草单位一致。

2.2.8 精密度

用 9 个验证样品连续测定 11 次，计算 RSD 值，结果见表 10。

表 10　精密度实验

样品编号	元素	测定值（%）	平均值（%）	s	RSD（%）
铌中多杂-1	Fe	0.00053 0.00051 0.00049 0.00049 0.00051 0.00045 0.00045 0.00048 0.00054 0.00049 0.00049	0.00049	0.000028	5.75
	Cr	0.00053 0.00054 0.00049 0.00048 0.00058 0.00048 0.00056 0.00055 0.00052 0.0005 0.00058	0.00053	0.000037	7.07
	Ni	0.00046 0.00047 0.0005 0.00045 0.00051 0.00048 0.00051 0.00052 0.00046 0.00054 0.00045	0.00049	0.000031	6.39
	Mn	0.00055 0.00052 0.00053 0.00049 0.00049 0.00053 0.00057 0.00055 0.00052 0.00051 0.00055	0.00053	0.000026	4.85
	Ti	0.00057 0.00052 0.00045 0.00051 0.0005 0.00051 0.00046 0.00052 0.00046 0.00045 0.00046	0.00049	0.000039	7.87
	Al	0.00056 0.00048 0.00050 0.00051 0.00046 0.00051 0.00049 0.00051 0.00047 0.00046 0.00053	0.00050	0.000031	6.14
	Cu	0.00052 0.00053 0.00054 0.00053 0.00053 0.00053 0.00050 0.00048 0.00048 0.00052 0.00051	0.00052	0.000021	4.01
	Zr	0.00053 0.00050 0.00052 0.00048 0.00050 0.00047 0.00048 0.00050 0.00047 0.00048 0.00051	0.00049	0.000020	4.08
	Ca	0.00055 0.00059 0.00053 0.00051 0.00057 0.00057 0.00058 0.00055 0.00056 0.00054 0.00057	0.00056	0.000023	4.20
	Mg	0.00055 0.00052 0.00052 0.00048 0.00055 0.00047 0.00054 0.00049 0.00050 0.00053 0.00049	0.00051	0.000028	5.52
	As	0.00047 0.00041 0.00044 0.00042 0.00042 0.00046 0.00043 0.00043 0.00042 0.00047 0.00047	0.00044	0.000023	5.28
	Sb	0.00048 0.00052 0.00050 0.00048 0.00048 0.00052 0.00049 0.00049 0.00050 0.00049 0.00053	0.00050	0.000018	3.57
	Pb	0.00044 0.00050 0.00044 0.00048 0.00045 0.00052 0.00053 0.00048 0.00052 0.00050 0.00045	0.00048	0.000034	7.00
	Sn	0.00047 0.00044 0.00048 0.00048 0.00044 0.00048 0.00045 0.00047 0.00043 0.00050 0.00048	0.00047	0.000022	4.74
	Bi	0.00051 0.00051 0.00053 0.00053 0.00043 0.00052 0.00049 0.00046 0.00047 0.00048 0.00054	0.00050	0.000034	6.91
铌中多杂-2	Fe	0.00212 0.00211 0.00214 0.00218 0.00207 0.00194 0.00216 0.00222 0.00199 0.00216 0.00202	0.00210	0.000087	4.12

	Cr	0.00212 0.00204 0.00196 0.00202 0.00208 0.00203 0.00225 0.00198 0.00219 0.00196 0.00221	0.00208	0.00010	4.96
	Ni	0.00196 0.00214 0.00192 0.00204 0.00212 0.00197 0.00199 0.00214 0.00195 0.00207 0.00196	0.00202	0.000082	4.05
	Mn	0.00237 0.00239 0.00225 0.00237 0.00225 0.00215 0.00221 0.00235 0.00221 0.00234 0.00224	0.00228	0.000082	3.57
	Ti	0.00200 0.00193 0.00209 0.00188 0.00192 0.00192 0.00204 0.00211 0.00188 0.00200 0.00194	0.00197	0.000080	4.06
	Al	0.00185 0.00184 0.00189 0.00186 0.00200 0.00199 0.0018 0.00198 0.00183 0.00201 0.00186	0.00190	0.000078	4.11
	Cu	0.00208 0.00198 0.00203 0.00202 0.00214 0.00199 0.00206 0.00194 0.00211 0.00204 0.00205	0.00204	0.000058	2.84
	Zr	0.00197 0.00184 0.00185 0.00177 0.00184 0.00195 0.00194 0.00190 0.00178 0.00187 0.00194	0.00188	0.000068	3.64
	Ca	0.00208 0.00218 0.00199 0.00212 0.00214 0.00212 0.00209 0.00213 0.00211 0.00204 0.00226	0.00211	0.000070	3.32
	Mg	0.00203 0.00208 0.00206 0.00208 0.00199 0.00208 0.00207 0.00211 0.00197 0.00198 0.00194	0.00204	0.000056	2.77
	As	0.00172 0.00194 0.00186 0.00192 0.00179 0.00178 0.00176 0.00193 0.00174 0.00177 0.00188	0.00183	0.000081	4.46
	Sb	0.00216 0.0022 0.0021 0.00227 0.00213 0.00225 0.00216 0.00213 0.00222 0.00231 0.00216	0.00219	0.000066	3.01
	Pb	0.00182 0.00193 0.00192 0.00201 0.00185 0.00179 0.00194 0.00182 0.00197 0.00188 0.00185	0.00189	0.000070	3.70
	Sn	0.00219 0.00208 0.00229 0.00210 0.00205 0.00219 0.00204 0.00212 0.00202 0.00210 0.00217	0.00212	0.000081	3.79
	Bi	0.00197 0.00201 0.00219 0.00193 0.00210 0.00198 0.00198 0.00214 0.00194 0.00195 0.00196	0.00201	0.000088	4.39
铌中多杂-3	Fe	0.00640 0.00593 0.00599 0.00643 0.00613 0.00639 0.00601 0.00622 0.00628 0.00635 0.00631	0.00622	0.00018	2.89
	Cr	0.00514 0.00508 0.00513 0.00491 0.00539 0.00540 0.00494 0.00501 0.00499 0.00529 0.00497	0.00511	0.00018	3.44
	Ni	0.00525 0.00522 0.00531 0.00551 0.00549 0.00554 0.00524 0.00561 0.00550 0.00526 0.00543	0.00540	0.00014	2.64
	Mn	0.00498 0.00506 0.00496 0.00530 0.00521 0.00522 0.00497 0.00502 0.00507 0.00516 0.00535	0.00512	0.00014	2.68
	Ti	0.00652 0.00685 0.00692 0.00649 0.00657 0.00668 0.00684 0.00655 0.00684 0.00695 0.00701	0.00675	0.00019	2.81
	Al	0.00503 0.00504 0.00508 0.00490 0.00498 0.00500 0.00509 0.00494 0.00491 0.00490 0.00510	0.00500	0.00008	1.54
	Cu	0.00477 0.00479 0.00486 0.00465 0.00495 0.00486 0.00475 0.00478 0.00485 0.00476 0.00499	0.00482	0.000096	1.99
	Zr	0.00541 0.00526 0.00522 0.00541 0.00518 0.00548 0.00549 0.00539 0.00522 0.00523 0.00541	0.00534	0.00011	2.15

	Ca	0.00787 0.0079 0.00806 0.00809 0.00749 0.00787 0.00785 0.00758 0.00792 0.00762 0.00779	0.00782	0.00019	2.43
	Mg	0.00516 0.00518 0.00508 0.00521 0.00523 0.00509 0.00503 0.00506 0.00498 0.00510 0.00523	0.00512	0.00008	1.65
	As	0.00441 0.00454 0.00429 0.00436 0.00465 0.00434 0.00464 0.00428 0.00442 0.00459 0.00423	0.00443	0.00015	3.39
	Sb	0.00771 0.00765 0.00768 0.00768 0.00807 0.00802 0.00768 0.00776 0.00789 0.00805 0.00791	0.00783	0.00016	2.10
	Pb	0.00586 0.00589 0.00591 0.00603 0.00578 0.00594 0.00576 0.00603 0.00607 0.00584 0.00577	0.00590	0.00011	1.86
	Sn	0.00463 0.00469 0.00488 0.00476 0.00483 0.00481 0.00492 0.00497 0.00487 0.00499 0.00502	0.00485	0.00012	2.55
	Bi	0.00555 0.0057 0.00567 0.00572 0.00543 0.00525 0.00562 0.00539 0.00551 0.00544 0.00548	0.00552	0.00015	2.63
铌中多杂-4	Fe	0.0208 0.0206 0.0196 0.0199 0.0192 0.0203 0.0198 0.0206 0.0202 0.0196 0.0204	0.0201	0.00051	2.52
	Cr	0.0163 0.0156 0.0161 0.0163 0.0158 0.0163 0.0171 0.0162 0.0156 0.0165 0.0164	0.0162	0.00043	2.66
	Ni	0.0161 0.0154 0.0155 0.0157 0.0153 0.0158 0.0151 0.0152 0.0154 0.0156 0.0149	0.0155	0.00034	2.19
	Mn	0.0157 0.0163 0.0164 0.0163 0.0160 0.0153 0.0161 0.0159 0.0157 0.0156 0.0157	0.0159	0.00034	2.17
	Ti	0.0164 0.0175 0.0169 0.0166 0.0164 0.0175 0.0171 0.0172 0.0163 0.0170 0.0169	0.0169	0.00043	2.52
	Al	0.0159 0.0155 0.0157 0.0152 0.0160 0.0156 0.0164 0.0155 0.0158 0.0155 0.0163	0.0158	0.00036	2.31
	Cu	0.0149 0.0147 0.0148 0.0152 0.0149 0.0151 0.0146 0.0148 0.0145 0.0155 0.0149	0.0149	0.00028	1.90
	Zr	0.0146 0.0147 0.0148 0.0139 0.0148 0.0145 0.0149 0.0141 0.0146 0.0143 0.0145	0.0145	0.00031	2.13
	Ca	0.0197 0.0196 0.0198 0.0203 0.0189 0.0196 0.0187 0.0197 0.0193 0.0198 0.0199	0.0196	0.00045	2.32
	Mg	0.0150 0.0158 0.0153 0.0149 0.0166 0.0154 0.0147 0.0155 0.0157 0.0147 0.0149	0.0153	0.00057	3.74
	As	0.0140 0.0144 0.0139 0.0152 0.0142 0.0139 0.0145 0.0149 0.0137 0.0142 0.0141	0.0143	0.00045	3.17
	Sb	0.0168 0.0170 0.0165 0.0164 0.0167 0.0165 0.0169 0.0166 0.0171 0.0166 0.0161	0.0167	0.00029	1.73
	Pb	0.0150 0.0142 0.0147 0.0151 0.0153 0.0142 0.0148 0.0155 0.0151 0.0148 0.0146	0.0148	0.00041	2.78
	Sn	0.0148 0.0155 0.0139 0.0146 0.014 0.0143 0.0145 0.0145 0.0147 0.0144 0.0145	0.0145	0.00042	2.92
	Bi	0.0152 0.0162 0.0157 0.0150 0.0148 0.0156 0.0151 0.0153 0.0154 0.0155 0.0154	0.0154	0.00038	2.46

铌中多杂-5	Fe	0.0267 0.0271 0.0257 0.0265 0.0269 0.0260 0.0254 0.0267 0.0262 0.0259 0.0253	0.0262	0.00061	2.33
	Cr	0.0253 0.0257 0.0265 0.0252 0.0257 0.0251 0.0248 0.0256 0.0259 0.0253 0.0261	0.0256	0.00049	1.91
	Ni	0.0234 0.0237 0.0238 0.0241 0.0242 0.0248 0.0240 0.0237 0.0236 0.0239 0.0245	0.0240	0.00041	1.71
	Mn	0.0256 0.0251 0.0248 0.0253 0.0254 0.0259 0.0244 0.0261 0.0255 0.0252 0.0250	0.0253	0.00048	1.91
	Ti	0.0271 0.0264 0.0258 0.0274 0.0264 0.0269 0.0272 0.0265 0.0256 0.0272 0.0267	0.0267	0.00058	2.19
	Al	0.0234 0.0235 0.0240 0.0235 0.0237 0.0236 0.0242 0.0236 0.0241 0.0238 0.0235	0.0237	0.00027	1.14
	Cu	0.0252 0.0256 0.0258 0.0259 0.0265 0.0261 0.0256 0.0258 0.0269 0.0254 0.0257	0.0259	0.00049	1.88
	Zr	0.0244 0.0255 0.0251 0.0252 0.0248 0.0245 0.0244 0.0251 0.0245 0.0249 0.0261	0.0250	0.00053	2.11
	Ca	0.0268 0.0276 0.0282 0.0271 0.0269 0.028 0.0271 0.0276 0.0269 0.0276 0.0262	0.0273	0.00058	2.14
	Mg	0.0238 0.0235 0.0247 0.0243 0.0246 0.0237 0.0227 0.0248 0.0237 0.0242 0.0233	0.0239	0.00065	2.72
	As	0.0245 0.0250 0.0238 0.0244 0.026 0.0252 0.0249 0.0247 0.025 0.0247 0.0245	0.0248	0.00055	2.23
	Sb	0.0269 0.0272 0.0281 0.0271 0.0267 0.0275 0.0268 0.0277 0.0273 0.0267 0.0274	0.0272	0.00044	1.63
	Pb	0.0246 0.0251 0.0243 0.0238 0.0242 0.0248 0.0245 0.0239 0.0255 0.0246 0.0243	0.0245	0.00050	2.04
	Sn	0.0237 0.0234 0.0237 0.0243 0.0237 0.0238 0.0251 0.0238 0.0232 0.0241 0.0240	0.0239	0.00050	2.10
	Bi	0.0259 0.0262 0.027 0.0262 0.0261 0.0257 0.0262 0.0261 0.0253 0.0272 0.0262	0.0262	0.00053	2.02
铌中多杂-6	Fe	0.0502 0.0495 0.0505 0.0512 0.0507 0.0515 0.0508 0.0513 0.0496 0.0498 0.0505	0.0505	0.00068	1.35
	Cr	0.0455 0.0465 0.0451 0.0454 0.0453 0.046 0.0455 0.0459 0.0465 0.0461 0.0447	0.0457	0.00057	1.25
	Ni	0.0425 0.0434 0.0425 0.0429 0.0432 0.0417 0.0436 0.0428 0.0427 0.0419 0.0421	0.0427	0.00061	1.42
	Mn	0.0481 0.0492 0.0485 0.0469 0.0495 0.0484 0.0472 0.0479 0.0483 0.048 0.0487	0.0482	0.00077	1.59
	Ti	0.0477 0.0491 0.0487 0.0493 0.0484 0.0486 0.0481 0.0488 0.0495 0.0484 0.0479	0.0486	0.00057	1.17
	Al	0.0451 0.0464 0.0466 0.0459 0.0446 0.0466 0.0460 0.0462 0.0452 0.0456 0.0462	0.0459	0.00066	1.43
	Cu	0.0465 0.0469 0.0471 0.0455 0.0452 0.0461 0.0468 0.0451 0.0472 0.0462 0.0469	0.0463	0.00076	1.64

	Zr	0.0458 0.0439 0.0454 0.0434 0.0457 0.0444 0.0452 0.0436 0.0447 0.044 0.0448	0.0446	0.00084	1.88
	Ca	0.0505 0.0481 0.0494 0.0493 0.0501 0.0490 0.0509 0.0483 0.0508 0.0488 0.0498	0.0495	0.00096	1.94
	Mg	0.0453 0.0443 0.0439 0.0444 0.0436 0.0463 0.0447 0.0442 0.0433 0.0446 0.0456	0.0446	0.00089	1.99
	As	0.0447 0.0438 0.0445 0.0436 0.0432 0.0428 0.0449 0.0454 0.0431 0.0457 0.0442	0.0442	0.00096	2.17
	Sb	0.0496 0.0487 0.0491 0.0486 0.0483 0.0490 0.0475 0.0478 0.0484 0.0489 0.0477	0.0485	0.00065	1.34
	Pb	0.0441 0.0457 0.0434 0.0444 0.0456 0.0446 0.0439 0.0443 0.0431 0.0438 0.0439	0.0443	0.00081	1.83
	Sn	0.0427 0.0425 0.0422 0.0432 0.0406 0.0416 0.0417 0.0426 0.0419 0.0421 0.0416	0.0421	0.00070	1.67
	Bi	0.0448 0.0442 0.0454 0.0447 0.0438 0.0451 0.0461 0.0446 0.0447 0.0451 0.0437	0.0447	0.00069	1.55
铌中多杂-7	Al	0.0793 0.0799 0.0807 0.0798 0.0811 0.0788 0.0809 0.0815 0.0789 0.0802 0.0796	0.0801	0.00090	1.12
铌中多杂-8	Fe	0.0756 0.0777 0.0768 0.0766 0.0763 0.0782 0.0779 0.0763 0.0780 0.0759 0.0773	0.0770	0.00090	1.17
	Cr	0.0784 0.0809 0.0792 0.0803 0.0789 0.0802 0.0796 0.0795 0.0799 0.0806 0.0787	0.0797	0.00081	1.01
铌中多杂-9	Sn	0.0792 0.0786 0.0813 0.0809 0.0794 0.0784 0.0793 0.0783 0.0811 0.0805 0.0775	0.0795	0.0013	1.61

从表 10 中的数据来看，每次所测元素含量均接近平均值，RSD 值均小于 8%。由此可见，该仪器的精密度良好，完全满足分析要求。

采用格拉布斯检验方法，对表 8 数据进行异常值情况分析，结果见表 11。

$$G_1 = \frac{\overline{X} - X_1}{S}, \quad G_n = \frac{X_n - \overline{X}}{S}$$

表 11　不同杂质元素含量的样品分析结果异常值分析

样品编号	元素	平均值（%）	标准偏差 S	G1	Gn	舍弃界限值 n=11，a=0.05	结论
铌中多杂-1	Fe	0.00049	0.000028	0.480	1.634	2.355	无异常值
	Cr	0.00053	0.000037	1.289	0.851	2.355	无异常值
	Ni	0.00049	0.000031	1.170	1.726	2.355	无异常值
	Mn	0.00053	0.000026	1.490	1.632	2.355	无异常值
	Ti	0.00049	0.000039	1.081	0.729	2.355	无异常值
	Al	0.00050	0.000031	1.248	2.020	2.355	无异常值
	Cu	0.00052	0.000021	1.715	1.187	2.355	无异常值
	Zr	0.00049	0.000020	1.216	1.757	2.355	无异常值
	Ca	0.00056	0.000023	1.985	1.440	2.355	无异常值
	Mg	0.00051	0.000028	1.509	1.316	2.355	无异常值

	As	0.00044	0.000023	1.291	1.291	2.355	无异常值
	Sb	0.00050	0.000018	1.022	1.789	2.355	无异常值
	Pb	0.00048	0.000034	1.264	1.399	2.355	无异常值
	Sn	0.00047	0.000022	1.606	1.565	2.355	无异常值
	Bi	0.00050	0.000034	1.084	1.243	2.355	无异常值
铌中多杂-2	Fe	0.00210	0.000087	1.857	1.374	2.355	无异常值
	Cr	0.00208	0.00010	1.131	1.688	2.355	无异常值
	Ni	0.00202	0.000082	1.266	1.421	2.355	无异常值
	Mn	0.00228	0.000082	1.648	1.291	2.355	无异常值
	Ti	0.00197	0.000080	1.168	1.701	2.355	无异常值
	Al	0.00190	0.000078	0.909	1.398	2.355	无异常值
	Cu	0.0020	0.000058	1.725	1.208	2.355	无异常值
	Zr	0.00188	0.000068	1.568	1.355	2.355	无异常值
	Ca	0.00211	0.000070	1.774	2.072	2.355	无异常值
	Mg	0.00204	0.000056	1.691	1.320	2.355	无异常值
	As	0.00183	0.000081	1.307	1.396	2.355	无异常值
	Sb	0.00219	0.000066	1.366	1.822	2.355	无异常值
	Pb	0.00189	0.000070	1.417	1.157	2.355	无异常值
	Sn	0.00212	0.000081	1.276	2.078	2.355	无异常值
	Bi	0.00201	0.000088	0.381	1.430	2.355	无异常值
铌中多杂-3	Fe	0.00622	0.00018	1.623	1.158	2.355	无异常值
	Cr	0.00511	0.00018	1.157	1.627	2.355	无异常值
	Ni	0.00540	0.00014	1.238	1.500	2.355	无异常值
	Mn	0.00512	0.00014	1.079	1.687	2.355	无异常值
	Ti	0.00675	0.00019	1.355	1.384	2.355	无异常值
	Al	0.00500	0.00008	0.225	1.077	2.355	无异常值
	Cu	0.0048	0.000096	1.760	1.779	2.355	无异常值
	Zr	0.00534	0.00011	1.361	1.337	2.355	无异常值
	Ca	0.00782	0.00019	1.748	1.413	2.355	无异常值
	Mg	0.00512	0.00008	1.687	1.268	2.355	无异常值
	As	0.00443	0.00015	1.343	1.386	2.355	无异常值
	Sb	0.00783	0.00016	1.076	1.352	2.355	无异常值
	Pb	0.00590	0.00011	1.258	1.565	2.355	无异常值
	Sn	0.00485	0.00012	1.792	0.551	2.355	无异常值
	Bi	0.00552	0.00015	1.881	1.350	2.355	无异常值
铌中多杂-4	Fe	0.0201	0.00051	1.758	1.399	2.355	无异常值
	Cr	0.0162	0.00043	0.927	2.087	2.355	无异常值
	Ni	0.0155	0.00034	1.637	1.906	2.355	无异常值
	Mn	0.0159	0.00034	1.766	1.424	2.355	无异常值
	Ti	0.0169	0.00043	1.389	1.432	2.355	无异常值
	Al	0.0158	0.00036	1.548	1.748	2.355	无异常值
	Cu	0.0149	0.00028	1.414	2.121	2.355	无异常值
	Zr	0.0145	0.00031	1.999	1.235	2.355	无异常值

	Ca	0.0196	0.00045	1.482	1.602	2.355	无异常值
	Mg	0.0153	0.00057	1.080	2.239	2.355	无异常值
	As	0.0143	0.00045	1.267	2.052	2.355	无异常值
	Sb	0.0167	0.00029	1.928	1.549	2.355	无异常值
	Pb	0.0148	0.00041	1.562	1.584	2.355	无异常值
	Sn	0.0145	0.00042	1.223	0.665	2.355	无异常值
	Bi	0.0154	0.00038	1.535	2.159	2.355	无异常值
铌中多杂-5	Fe	0.0262	0.00061	1.506	1.447	2.355	无异常值
	Cr	0.0256	0.00049	1.564	1.917	2.355	无异常值
	Ni	0.0240	0.00041	1.397	2.017	2.355	无异常值
	Mn	0.0253	0.00048	1.861	1.654	2.355	无异常值
	Ti	0.0267	0.00058	1.807	1.277	2.355	无异常值
	Al	0.0237	0.00027	1.173	1.407	2.355	无异常值
	Cu	0.0259	0.00049	1.364	2.131	2.355	无异常值
	Zr	0.0250	0.00053	1.054	2.177	2.355	无异常值
	Ca	0.0273	0.00058	1.834	1.585	2.355	无异常值
	Mg	0.0239	0.00065	1.902	1.329	2.355	无异常值
	As	0.0248	0.00055	1.795	2.190	2.355	无异常值
	Sb	0.0272	0.00044	1.172	1.994	2.355	无异常值
	Pb	0.0245	0.00050	1.221	1.986	2.355	无异常值
	Sn	0.0239	0.00050	1.374	2.404	2.355	无异常值
	Bi	0.0262	0.00053	1.681	1.904	2.355	无异常值
铌中多杂-6	Fe	0.0505	0.00068	1.480	1.453	2.355	无异常值
	Cr	0.0457	0.00057	1.721	1.434	2.355	无异常值
	Ni	0.0427	0.00061	1.592	1.216	2.355	无异常值
	Mn	0.0482	0.00077	1.363	1.635	2.355	无异常值
	Ti	0.0486	0.00057	1.568	1.600	2.355	无异常值
	Al	0.0459	0.00066	1.912	1.136	2.355	无异常值
	Cu	0.0463	0.00076	1.469	1.158	2.355	无异常值
	Zr	0.0446	0.00084	0.868	1.280	2.355	无异常值
	Ca	0.0495	0.00096	1.502	1.407	2.355	无异常值
	Mg	0.0446	0.00089	1.427	1.960	2.355	无异常值
	As	0.0442	0.00096	1.431	1.592	2.355	无异常值
	Sb	0.0485	0.00065	1.555	1.681	2.355	无异常值
	Pb	0.0443	0.00081	1.423	1.781	2.355	无异常值
	Sn	0.0421	0.00070	2.085	1.619	2.355	无异常值
	Bi	0.0447	0.00069	0.785	1.950	2.355	无异常值
铌中多杂-7	Al	0.0801	0.00090	1.404	1.595	2.355	无异常值
铌中多杂-8	Fe	0.0770	0.00090	1.509	1.368	2.355	无异常值
	Cr	0.0797	0.00081	1.555	1.544	2.355	无异常值
铌中多杂-9	Sn	0.0795	0.0013	1.564	1.407	2.355	无异常值

由表 11 数据可知，根据格拉布斯检验方法，不同铁、铬、镍、锰、钛、铝、铜、锆、钙、镁、砷、锑、铅、锡和铋含量水平样品的 11 次测定数据无异常值，表明该方法重复性好，精密度高。

2.2.9 正确度实验

铌样品各称取若干份，加入含铁、铬、镍、锰、钛、铝、铜、锆、钙、镁、砷、锑、铅、锡和铋元素的标准，按操作步骤进行样品处理及分析，计算加标回收率，结果见表 12。

表 12　加标回收实验　%

元素	样品测量值	加标值	样+标测量值	回收率
Fe	0.00049	0.00050	0.00097	96.0
			0.00101	104.0
	0.00622	0.00500	0.0114	101.6
			0.0112	102.0
	0.0201	0.0150	0.0345	96.0
			0.0352	100.7
Cr	0.00053	0.00050	0.00105	104.0
			0.00102	98.0
	0.00511	0.00500	0.00992	96.2
			0.00986	95.0
	0.0162	0.0150	0.0311	99.3
			0.0310	98.7
Ni	0.00049	0.00050	0.00100	102.0
			0.00098	98.0
	0.00540	0.00500	0.0102	96.0
			0.0106	104.0
	0.0155	0.0150	0.0307	101.3
			0.0298	95.3
Mn	0.00053	0.00050	0.00105	104.0
			0.00104	102.0
	0.00512	0.00500	0.0102	101.6
			0.00987	95.0
	0.0159	0.0150	0.0315	104.0
			0.0303	96.0
Ti	0.00049	0.00050	0.00097	96.0
			0.00099	100.0
	0.00675	0.00500	0.0118	101.0
			0.0116	97.0
	0.0169	0.0150	0.0314	96.7
			0.0312	94.7
Al	0.00050	0.00050	0.00103	106.0
			0.00101	102.0
	0.00500	0.00500	0.00984	96.8
			0.00976	95.2
	0.0158	0.0150	0.0312	102.7
			0.0305	98.0
Cu	0.00052	0.00050	0.00103	102.0

			0.00105	106.0
	0.00482	0.00500	0.00971	97.8
			0.00958	95.2
	0.0149	0.0150	0.0294	96.7
			0.0298	99.3
Zr	0.00049	0.00050	0.00101	104.0
			0.00103	108.0
	0.00534	0.00500	0.0106	105.2
			0.0101	95.2
	0.0145	0.0150	0.0293	98.7
			0.0289	96.0
Ca	0.00056	0.00050	0.00104	96.0
			0.00109	106.0
	0.00782	0.00500	0.0131	105.6
			0.0127	97.6
	0.0196	0.0150	0.0353	104.7
			0.0339	95.3
Mg	0.00051	0.00050	0.00104	106.0
			0.00105	108.0
	0.00512	0.00500	0.0105	107.6
			0.0104	105.6
	0.0153	0.0150	0.0298	96.7
			0.0305	101.3
As	0.00044	0.00050	0.00092	96.0
			0.00098	108.0
	0.00443	0.00500	0.00982	107.8
			0.00927	96.8
	0.0143	0.0150	0.0307	109.3
			0.0297	102.7
Sb	0.00050	0.00050	0.00102	104.0
			0.00098	96.0
	0.00783	0.00500	0.0129	101.4
			0.0131	105.4
	0.0167	0.0150	0.0311	96.0
			0.0312	96.7
Pb	0.00048	0.00050	0.00097	98.0
			0.00099	102.0
	0.00590	0.00500	0.0108	98.0
			0.0111	104.0
	0.0148	0.0150	0.0303	103.3
			0.0307	106.0
Sn	0.00047	0.00050	0.00096	98.0
			0.00099	104.0

	0.00485	0.00500	0.00963	95.6
			0.00969	96.8
	0.0145	0.0150	0.0296	100.7
			0.0301	104.0
Bi	0.00050	0.00050	0.00103	106.0
			0.00104	108.0
	0.00552	0.00500	0.0106	101.6
			0.0103	95.6
	0.0154	0.0150	0.0299	96.7
			0.0297	95.3

由表 12 可知，铌中铁元素的加标回收率在 96.0%～104.0%，铬元素的加标回收率在 95.0%～104.0%，镍元素的加标回收率在 95.3%～104.0%，锰元素的加标回收率在 95.0%～104.0%，钛元素的加标回收率在 94.7%～101.0%，铝元素的加标回收率在 95.2%～106.0%，铜元素的加标回收率在 95.2%～106.0%，锆元素的加标回收率在 95.2%～108.0%，钙元素的加标回收率在 95.3%～106.0%，镁元素的加标回收率在 96.7%～108.0%，砷元素的加标回收率在 96.0%～108.0%，锑元素的加标回收率在 96.0%～105.4%,铅元素的加标回收率在 98.0%～106.0%,锡元素的加标回收率在 95.6%～104.0%，铋元素的加标回收率在 95.3%～108.0%，准确度良好。

经第一验证单位（西安汉唐分析检测有限公司）试验验证，铌中各元素的加标回收率在 95.2%～106.0%之间，得到的结论与主起草单位一致。

2.2.10 准确度

本方法确定后，用 GE－340 光栅光谱仪和 AES-8000 直流电弧光谱仪对铌中多杂-1 和铌中多杂-5 的样品中铁、铬、镍、锰、钛、铝、铜、锆、钙、镁、砷、锑、铅、锡和铋元素含量进行测定，结果见表 13。

表 13　不同设备间的元素测定结果对照表 %

设备 / 元素	样品编号	AES-8000 直流电弧光谱仪	GE-340 光栅光谱仪	DC Arc 直流电弧光谱仪
Fe	铌中多杂-1	0.0004	0.0004	0.0005
	铌中多杂-5	0.0243	0.0243	0.0262
Cr	铌中多杂-1	0.0006	0.0007	0.0005
	铌中多杂-5	0.0240	0.0259	0.0256
Ni	铌中多杂-1	0.0006	0.0004	0.0005
	铌中多杂-5	0.0238	0.0242	0.0240
Mn	铌中多杂-1	0.0007	0.0005	0.0005
	铌中多杂-5	0.0236	0.0261	0.0253
Ti	铌中多杂-1	0.0007	0.0007	0.0005
	铌中多杂-5	0.0246	0.0266	0.0267
Al	铌中多杂-1	0.0005	0.0007	0.0005
	铌中多杂-5	0.0252	0.0268	0.0237
Cu	铌中多杂-1	0.0007	0.0007	0.0005
	铌中多杂-5	0.0263	0.0255	0.0259
Zr	铌中多杂-1	0.0005	0.0007	0.0005

	铌中多杂-5	0.0238	0.0231	0.0250
Ca	铌中多杂-1	0.0004	0.0004	0.0006
	铌中多杂-5	0.0259	0.0277	0.0273
Mg	铌中多杂-1	0.0007	0.0006	0.0005
	铌中多杂-5	0.0236	0.0243	0.0239
As	铌中多杂-1	0.0005	0.0004	0.0004
	铌中多杂-5	0.0246	0.0236	0.0248
Sb	铌中多杂-1	0.0007	0.0006	0.0005
	铌中多杂-5	0.0239	0.0233	0.0272
Pb	铌中多杂-1	0.0005	0.0005	0.0005
	铌中多杂-5	0.0241	0.0261	0.0245
Sn	铌中多杂-1	0.0004	0.0006	0.0005
	铌中多杂-5	0.0223	0.0247	0.0239
Bi	铌中多杂-1	0.0007	0.0005	0.0005
	铌中多杂-5	0.0263	0.0269	0.0262

表 13 中的数据表明，利曼直流电弧光谱仪测得的铌中铁、铬、镍、锰、钛、铝、铜、锆、钙、镁、砷、锑、铅、锡和铋元素含量与 GE-340 光栅光谱仪和 AES-8000 直流电弧光谱仪的测定结果基本一致，能够满足分析要求。

2.2.11 检出限及测定下限

对处理过程与样品相同的基体空白平行测定 11 次，以 3 倍的标准偏差作为方法的检出限，以 10 倍的标准偏差作为方法的测定下限，测定结果见表 14。

表 14　方法的检出限和测定下限（n＝11）

元素	测定值(%)	平均值(%)	S	检出限(%)	测定下限(%)
Fe	0.00008 0.00007 0.00009 0.00009 0.00006 0.00008 0.00006 0.00007 0.00008 0.00006 0.00005	0.00007	0.000014	0.000041	0.00014
Cr	0.00001 0.00001 0.00002 0.00004 0.00003 0.00002 0.00004 0.00001 0.00003 0.00004 0.00005	0.00003	0.000014	0.000041	0.00014
Ni	0.00003 0.00003 0.00002 0.00003 0.00005 0.00005 0.00002 0.00002 0.00002 0.00006 0.00003	0.00003	0.000015	0.000045	0.00015
Mn	0.00003 0.00003 0.00004 0.00004 0.00003 0.00004 0.00005 0.00005 0.00003 0.00004 0.00003	0.00004	0.0000079	0.000024	0.000079
Ti	0.00006 0.00005 0.00006 0.00006 0.00005 0.00007 0.00006 0.00006 0.00005 0.00007 0.00006	0.00006	0.0000074	0.000022	0.000074
Al	0.00003 0.00004 0.00004 0.00004 0.00003 0.00004 0.00004 0.00005 0.00003 0.00005 0.00003	0.00004	0.0000074	0.000022	0.000074
Cu	0.00003 0.00002 0.00002 0.00003 0.00004 0.00003 0.00002 0.00003 0.00004 0.00002 0.00003	0.00003	0.0000079	0.000024	0.000079
Zr	0.00002 0.00002 0.00003 0.00003 0.00002 0.00003 0.00003 0.00003 0.00004 0.00004 0.00003	0.00003	0.0000067	0.000020	0.000067
Ca	0.00005 0.00009 0.00006 0.00005 0.00008 0.00008	0.00007	0.000016	0.000049	0.00016

	0.00005 0.00009 0.00007 0.00009 0.00006				
Mg	0.00007 0.00008 0.00006 0.00008 0.00005 0.00007 0.00006 0.00007 0.00008 0.00007 0.00005	0.00007	0.000012	0.000035	0.00012
As	0.00005 0.00008 0.00007 0.00009 0.00009 0.00006 0.00008 0.00007 0.00007 0.00005 0.00006	0.00007	0.000013	0.000039	0.00013
Sb	0.00006 0.00006 0.00006 0.00008 0.00005 0.00007 0.00004 0.00004 0.00004 0.00008 0.00006	0.00006	0.000015	0.000046	0.00015
Pb	0.00004 0.00003 0.00005 0.00007 0.00003 0.00003 0.00003 0.00006 0.00004 0.00007 0.00003	0.00004	0.000017	0.000051	0.00017
Sn	0.00001 0.00002 0.00002 0.00001 0.00002 0.00003 0.00002 0.00003 0.00002 0.00002 0.00001	0.00002	0.0000067	0.000020	0.000067
Bi	0.00003 0.00003 0.00002 0.00003 0.00004 0.00005 0.00003 0.00003 0.00003 0.00004 0.00003	0.00003	0.0000082	0.000025	0.000082

由表 14 可知，铌中铁的测定下限为 0.00014%，铬的测定下限为 0.00014%，镍的测定下限为 0.00015%，锰的测定下限为 0.000079%，钛的测定下限为 0.000074%，铝的测定下限为 0.000074%，铜的测定下限为 0.000079%，锆的测定下限为 0.000067%，钙的测定下限为 0.00016%，镁的测定下限为 0.00012%，砷的测定下限为 0.00013%，锑的测定下限为 0.00015%，铅的测定下限为 0.00017%；锡的测定下限为 0.000067%，铋的测定下限为 0.000082%，所以该方法满足标准中各元素的测定范围要求。

经第一验证单位（西安汉唐分析检测有限公司）试验验证，铌中铁的测定下限为 0.00013%，铬的测定下限为 0.00015%，镍的测定下限为 0.00014%，锰的测定下限为 0.000081%，钛的测定下限为 0.000065%，铝的测定下限为 0.000079%，铜的测定下限为 0.000071%，锆的测定下限为 0.000076%，钙的测定下限为 0.00016%，镁的测定下限为 0.00012%，砷的测定下限为 0.00015%，锑的测定下限为 0.00014%，铅的测定下限为 0.00016%，锡的测定下限为 0.000078%，铋的测定下限为 0.000081%，该方法满足测定范围要求，得到的结论与主起草单位一致。

在铌基体中加入铁、铬、镍、锰、钛、铝、铜、锆、钙、镁、砷、锑、铅、锡和铋元素的下限点，按操作步骤进行样品处理及分析，计算测定下限的加标回收率，结果见表 15。

表 15　测定下限的加标回收实验　%

元素	样品测量值	加标值	样+标测量值	回收率
Fe	0.00007	0.0003	0.00038	103.3
			0.00040	110.0
Cr	0.00003	0.0003	0.00032	96.7
			0.00036	110.0
Ni	0.00003	0.0003	0.00035	106.7
			0.00036	110.0
Mn	0.00004	0.0001	0.00013	90.0
			0.00014	100.0
Ti	0.00006	0.0001	0.00017	110.0
			0.00016	100.0
Al	0.00004	0.0001	0.00015	110.0
			0.00013	90.0
Cu	0.00003	0.0001	0.00014	110.0
			0.00012	90.0

Zr	0.00003	0.0001	0.00012	90.0
			0.00013	100.0
Ca	0.00007	0.0003	0.00039	106.7
			0.00040	110.0
Mg	0.00007	0.0003	0.00035	93.3
			0.00040	110.0
As	0.00007	0.0003	0.00036	96.7
			0.00039	106.7
Sb	0.00006	0.0003	0.00038	106.7
			0.00036	100.0
Pb	0.00004	0.0003	0.00033	96.7
			0.00032	93.3
Sn	0.00002	0.0001	0.00011	90.0
			0.00011	90.0
Bi	0.00003	0.0001	0.00012	90.0
			0.00013	100.0

由表 15 可知，铌中铁、铬、镍、锰、钛、铝、铜、锆、钙、镁、砷、锑、铅、锡和铋含量测定下限加标回收率为 90.0%～110.0%。

经第一验证单位（西安汉唐分析检测有限公司）试验验证，铌中各元素含量测定下限加标回收率为 90.0%～110.0%之间，得到的结论与主起草单位一致。

2.2.12 样品的要求

铌粉是将碳化铌和氧化铌混匀后，通过烧结将碳和氧结合生成二氧化碳或一氧化碳除去碳，经破碎、球磨、过筛后的产品，粒度均小于 180μm。

氧化铌是将钽铌矿石经硫酸和氢氟酸分解后，经有机溶剂萃取过程将铌提取到有机相中，反萃后形成铌液，沉淀烘干后生成氢氧化铌，经焙烧后生成氧化铌，其粒度均小于 160μm。

碳化铌是将氧化铌和石墨在炭化炉中进行炭化，后经还原炉进行焙烧后得到的产品，其粒度小于 150μm。

铌锭是将熔炼铌锯成长条捆绑后，经电子束熔炼生产出的产品，为了保证结果的准确性和有代表性，因此从顶部 10cm 处至中部任一部位，用刨床去除表皮后刨屑取样，加工成质量不大于 0.03g 的颗粒。

三、试验验证的分析、综述报告，技术经济论证，预期的经济效益、社会效益和生态效益

（一）主要试验（验证）的分析及综述报告

3.1.1 实验室间数据比对结果汇总

在完成相关条件试验后，对 9 个铌实际样品中的多元素含量进行了平行测定，实验结果见附录。在汇总数据后，按照 GB/T 6379.2—2004 对参编单位的试验验证数据进行统计计算，在对原始测定数据进行柯克伦检验及格拉布斯检验，剔除离群值后，进行精密度数据计算，从而确定重复性限和再现性限。铌中多元素统计分析后结果可接受的实验室个数、可接受的数据个数、平均值、重复性限、再现性限见表 16。

表 16　各样品水平统计结果表

水平	元素	结果可接受的	可接受数	平均值	重复性标准	再现性标准	重复性限	再现性限

		实验室个数	据个数	%	差 S_r/%	差 S_R/%	r/%	R/%
1	Fe	5	55	0.00049	0.00002	0.000026	0.00007	0.00007
	Cr	5	55	0.00053	0.000033	0.000033	0.00009	0.00009
	Ni	5	55	0.00050	0.0000305	0.000034	0.00009	0.00010
	Mn	5	55	0.00054	0.000023	0.000030	0.00006	0.00008
	Ti	5	55	0.00050	0.000028	0.000028	0.00008	0.00008
	Al	5	55	0.00051	0.000030	0.000034	0.00008	0.00010
	Cu	5	55	0.00052	0.000020	0.000024	0.00006	0.00007
	Zr	5	55	0.00051	0.0000225	0.0000252	0.00006	0.00007
	Ca	5	55	0.00054	0.0000250	0.0000290	0.00007	0.00008
	Mg	5	55	0.00052	0.0000261	0.0000282	0.00007	0.00008
	As	5	55	0.00044	0.0000238	0.0000279	0.00007	0.00008
	Sb	5	55	0.00050	0.0000186	0.0000215	0.00005	0.00006
	Pb	5	55	0.00049	0.0000277	0.0000290	0.00008	0.00008
	Sn	5	55	0.00048	0.0000226	0.0000253	0.00006	0.00007
	Bi	5	55	0.00050	0.0000308	0.0000312	0.00009	0.00009
2	Fe	5	55	0.00217	0.00007	0.000116	0.00021	0.00033
	Cr	5	55	0.00218	0.000082	0.000107	0.00023	0.00030
	Ni	5	55	0.00205	0.0000689	0.000080	0.00020	0.00023
	Mn	5	55	0.00228	0.000069	0.000076	0.00019	0.00021
	Ti	5	55	0.00201	0.000063	0.000091	0.00018	0.00026
	Al	5	55	0.00193	0.000067	0.000074	0.00019	0.00021
	Cu	5	55	0.00207	0.000065	0.000081	0.00018	0.00023
	Zr	5	55	0.00193	0.0000634	0.0001031	0.00018	0.00029
	Ca	5	55	0.00213	0.0000637	0.0000822	0.00018	0.00023
	Mg	5	55	0.00204	0.0000533	0.0000848	0.00015	0.00024
	As	5	55	0.00184	0.0000672	0.0000734	0.00019	0.00021
	Sb	5	55	0.00219	0.0000613	0.0000829	0.00017	0.00023
	Pb	5	55	0.00190	0.0000630	0.0000841	0.00018	0.00024
	Sn	5	55	0.00213	0.0000668	0.0000744	0.00019	0.00021
	Bi	5	55	0.00202	0.0000656	0.0000732	0.00019	0.00021
3	Fe	5	55	0.00217	0.00007	0.000116	0.00021	0.00033
	Cr	5	55	0.00218	0.000082	0.000107	0.00023	0.00030
	Ni	5	55	0.00205	0.0000689	0.000080	0.00020	0.00023
	Mn	5	55	0.00228	0.000069	0.000076	0.00019	0.00021
	Ti	5	55	0.00201	0.000063	0.000091	0.00018	0.00026
	Al	5	55	0.00193	0.000067	0.000074	0.00019	0.00021
	Cu	5	55	0.00207	0.000065	0.000081	0.00018	0.00023
	Zr	5	55	0.00193	0.0000634	0.0001031	0.00018	0.00029
	Ca	5	55	0.00213	0.0000637	0.0000822	0.00018	0.00023
	Mg	5	55	0.00204	0.0000533	0.0000848	0.00015	0.00024
	As	5	55	0.00184	0.0000672	0.0000734	0.00019	0.00021
	Sb	5	55	0.00219	0.0000613	0.0000829	0.00017	0.00023

	Pb	5	55	0.00190	0.0000630	0.0000841	0.00018	0.00024
	Sn	5	55	0.00213	0.0000668	0.0000744	0.00019	0.00021
	Bi	5	55	0.00202	0.0000656	0.0000732	0.00019	0.00021
4	Fe	5	55	0.00217	0.00007	0.000116	0.00021	0.00033
	Cr	5	55	0.00218	0.000082	0.000107	0.00023	0.00030
	Ni	5	55	0.00205	0.0000689	0.000080	0.00020	0.00023
	Mn	5	55	0.00228	0.000069	0.000076	0.00019	0.00021
	Ti	5	55	0.00201	0.000063	0.000091	0.00018	0.00026
	Al	5	55	0.00193	0.000067	0.000074	0.00019	0.00021
	Cu	5	55	0.00207	0.000065	0.000081	0.00018	0.00023
	Zr	5	55	0.00193	0.0000634	0.0001031	0.00018	0.00029
	Ca	5	55	0.00213	0.0000637	0.0000822	0.00018	0.00023
	Mg	5	55	0.00204	0.0000533	0.0000848	0.00015	0.00024
	As	5	55	0.00184	0.0000672	0.0000734	0.00019	0.00021
	Sb	5	55	0.00219	0.0000613	0.0000829	0.00017	0.00023
	Pb	5	55	0.00190	0.0000630	0.0000841	0.00018	0.00024
	Sn	5	55	0.00213	0.0000668	0.0000744	0.00019	0.00021
	Bi	5	55	0.00202	0.0000656	0.0000732	0.00019	0.00021
5	Fe	5	55	0.00217	0.00007	0.000116	0.00021	0.00033
	Cr	5	55	0.00218	0.000082	0.000107	0.00023	0.00030
	Ni	5	55	0.00205	0.0000689	0.000080	0.00020	0.00023
	Mn	5	55	0.00228	0.000069	0.000076	0.00019	0.00021
	Ti	5	55	0.00201	0.000063	0.000091	0.00018	0.00026
	Al	5	55	0.00193	0.000067	0.000074	0.00019	0.00021
	Cu	5	55	0.00207	0.000065	0.000081	0.00018	0.00023
	Zr	5	55	0.00193	0.0000634	0.0001031	0.00018	0.00029
	Ca	5	55	0.00213	0.0000637	0.0000822	0.00018	0.00023
	Mg	5	55	0.00204	0.0000533	0.0000848	0.00015	0.00024
	As	5	55	0.00184	0.0000672	0.0000734	0.00019	0.00021
	Sb	5	55	0.00219	0.0000613	0.0000829	0.00017	0.00023
	Pb	5	55	0.00190	0.0000630	0.0000841	0.00018	0.00024
	Sn	5	55	0.00213	0.0000668	0.0000744	0.00019	0.00021
	Bi	5	55	0.00202	0.0000656	0.0000732	0.00019	0.00021
6	Fe	5	55	0.0769	0.00107	0.0019	0.0030	0.0053
	Cr	5	55	0.0799	0.00106	0.00191	0.0030	0.0054
	Ni	5	55	0.0426	0.0007190	0.001253	0.0020	0.0036
	Mn	5	55	0.0484	0.000807	0.001202	0.0023	0.0034
	Ti	5	55	0.0483	0.000775	0.001153	0.0022	0.0033
	Al	5	55	0.0462	0.000651	0.000871	0.0018	0.0025
	Cu	5	55	0.0462	0.000752	0.00112	0.0021	0.0032
	Zr	5	55	0.0446	0.0007528	0.00148755	0.0021	0.0042
	Ca	5	55	0.0496	0.00111227	0.0015409	0.0031	0.0044
	Mg	5	55	0.0445	0.0010998	0.0014726	0.0031	0.0042

	As	5	55	0.0442	0.0009130	0.0016102	0.0026	0.0046
	Sb	5	55	0.0485	0.0008525	0.0012524	0.0024	0.0035
	Pb	5	55	0.0444	0.0007622	0.0011938	0.0022	0.0034
	Sn	5	55	0.0421	0.0008017	0.0012545	0.0023	0.0036
	Bi	5	55	0.0449	0.0008528	0.0014119	0.0024	0.0040
7	Al	5	55	0.0802	0.000943	0.001531	0.0027	0.0043
	Sn	5	55	0.0795	0.0011504	0.0017867	0.0033	0.0051

3.1.2 重复性和再现性

3.1.2.1 重复性限和再现性限

本方法铁、铬、镍、锰、钛、铝、铜、锆、钙、镁、砷、锑、铅、锡和铋元素各水平精密度测试结果的平均值及对应的重复性限和再现性限进行汇总，见表 17 所示。

表 17 各元素样品水平的平均值、重复性限（r）和再现性限（R）

w_{Fe}/%	0.0005	0.0022	0.0063	0.026	0.050	0.077	—
r/%	0.0001	0.0003	0.0005	0.002	0.003	0.004	—
R/%	0.0001	0.0004	0.0006	0.003	0.004	0.006	—
w_{Cr}/%	0.0005	0.0022	0.0052	0.017	0.026	0.080	—
r/%	0.0001	0.0003	0.0005	0.001	0.002	0.004	—
R/%	0.0001	0.0004	0.0006	0.002	0.003	0.006	—
w_{Ni}/%	0.0005	0.0021	0.0055	0.015	0.025	0.043	—
r/%	0.0001	0.0002	0.0004	0.001	0.002	0.003	—
R/%	0.0001	0.0003	0.0005	0.002	0.003	0.004	—
w_{Mn}/%	0.0005	0.0023	0.0052	0.016	0.025	0.048	—
r/%	0.0001	0.0002	0.0004	0.001	0.002	0.003	—
R/%	0.0001	0.0003	0.0005	0.002	0.003	0.004	—
w_{Ti}/%	0.0005	0.0020	0.0068	0.017	0.027	0.048	—
r/%	0.0001	0.0002	0.0004	0.001	0.002	0.003	—
R/%	0.0001	0.0003	0.0005	0.002	0.003	0.004	—
w_{Al}/%	0.0005	0.0019	0.0050	0.016	0.024	0.046	0.080
r/%	0.0001	0.0002	0.0003	0.001	0.001	0.002	0.003
R/%	0.0001	0.0003	0.0004	0.002	0.002	0.003	0.005
w_{Cu}/%	0.0005	0.0021	0.0049	0.015	0.026	0.046	—
r/%	0.0001	0.0002	0.0003	0.001	0.002	0.003	—
R/%	0.0001	0.0003	0.0005	0.002	0.003	0.004	—
w_{Zn}/%	0.0005	0.0019	0.0054	0.015	0.025	0.045	—
r/%	0.0001	0.0002	0.0003	0.001	0.002	0.003	—
R/%	0.0001	0.0003	0.0004	0.002	0.003	0.005	—
w_{Ca}/%	0.0005	0.0021	0.0078	0.020	0.028	0.050	—
r/%	0.0001	0.0002	0.0005	0.0020	0.003	0.004	—
R/%	0.0001	0.0003	0.0006	0.0030	0.004	0.005	—
w_{Mg}/%	0.0005	0.0020	0.0051	0.015	0.024	0.045	—
r/%	0.0001	0.0002	0.0003	0.002	0.003	0.004	—

R/%	0.0001	0.0003	0.0004	0.003	0.004	0.005	—
w_{As}/%	0.0004	0.0018	0.0044	0.014	0.025	0.044	—
r/%	0.0001	0.0002	0.0004	0.001	0.002	0.003	—
R/%	0.0001	0.0003	0.0005	0.002	0.003	0.005	—
w_{Sb}/%	0.0005	0.0022	0.0078	0.017	0.027	0.049	—
r/%	0.0001	0.0002	0.0004	0.001	0.002	0.003	—
R/%	0.0001	0.0003	0.0005	0.002	0.003	0.004	—
w_{Pb}/%	0.0005	0.0019	0.0059	0.015	0.024	0.044	—
r/%	0.0001	0.0002	0.0003	0.001	0.002	0.003	—
R/%	0.0001	0.0003	0.0004	0.002	0.003	0.004	—
w_{Sn}/%	0.0005	0.0021	0.0049	0.014	0.024	0.042	0.080
r/%	0.0001	0.0002	0.0003	0.0010	0.0020	0.003	0.004
R/%	0.0001	0.0003	0.0004	0.0020	0.0030	0.004	0.006
w_{Bi}/%	0.0005	0.0020	0.0055	0.015	0.026	0.045	—
r/%	0.0001	0.0002	0.0004	0.001	0.002	0.003	—
R/%	0.0001	0.0003	0.0005	0.002	0.003	0.004	—

3.1.2.2 重复性限与测定值的关系

精密度数据是在2026年3月-4由5个实验室对9个铌中多元素含量的样品进行共同试验确定。共同试验数据按GB/T 6379.2进行统计分析确定的精密度，得出下列方程式，见表18所示。

表 18 各元素的线性关系

元素	r	R
铁	y = 0.0428x + 5E-05	y = 0.0786x + 0.0001
铬	y = 0.0367x + 7E-05	y = 0.083x + 9E-05
镍	y = 0.0519x + 7E-05	y = 0.0819x + 0.0001
锰	y = 0.0457x + 7E-05	y = 0.0695x + 0.0001
钛	y = 0.0486x + 7E-05	y = 0.0659x + 8E-05
铝	y = 0.0323x + 8E-05	y = 0.053x + 9E-05
铜	y = 0.0448x + 6E-05	y = 0.0671x + 0.0001
锆	y = 0.0469x + 4E-05	y = 0.0929x + 7E-05
钙	y = 0.0626x + 4E-05	y = 0.0908x + 0.0001
镁	y = 0.0694x + 2E-05	y = 0.095x + 0.0001
砷	y = 0.0575x + 4E-05	y = 0.1019x + 7E-05
锑	y = 0.0488x + 4E-05	y = 0.0727x + 7E-05
铅	y = 0.0474x + 5E-05	y = 0.0745x + 7E-05
锡	y = 0.0402x + 6E-05	y = 0.0835x + 8E-05
铋	y = 0.0524x + 6E-05	y = 0.0894x + 7E-05

（二）预期达到的社会效益等情况

铌是现代工业和高科技产业不可或缺的重要基础原料，已广泛应用于高技术产业领域，包括电子、精密陶瓷和精密玻璃工业、电声光器件、硬质合金、生物医学工程、宇航及电子能工业、超导工业以及特种钢等行业。超导铌板材及铌射频超导腔主要应用于高能同步辐射光源（HEPS）、硬 X

射线自由电子激光装置（SHINE）、加速器驱动嬗变研究装置（CiDS）、强流重离子加速器装置（HIF）等大科学装置，通过国家重点基础研究发展计划（973计划）的课题“超导加速器用大晶粒高纯铌片的研制”（课题编号：2007CB816205），实现了RRR250\RRR300超导铌板的研发和量产，已形成年产超导铌锭和超导铌板材80吨以上的生产规模，已成功开拓欧美、韩国、印度等主要市场。目前正在建设上海硬X射线自由电子激光装置（英文简称为“SHINE”）、CEPC项目、LCLS-Ⅱ、ILC都需要大量的超导铌材和铌射频超导腔，预计未来几年国内外超导铌材需求将达到30吨/年、铌超导腔在200支/年以上。同时随着电子、宇航及电子能工业以及特种钢对铌原料的需求不断提高，带动了氧化铌、铌粉、熔炼铌、铌锭等产品的市场需求不断扩展。

本文件是我国《钽铌化学分析方法》的系列标准之一，为铌中铁、铬、镍、锰、钛、铝、锆、钙、镁、铜、砷、锑、铅、锡和铋含量的测定方法，可以测定铌粉、铌锭及铌加工材中铁、铬、镍、锰、钛、铝、锆、钙、镁、铜、砷、锑、铅、锡和铋含量，能够满足《工业战略性新兴产业分类目录（2023）》中高品质铌加工材（超导铌材、电容器用NbO粉、铌溅射靶材等）、高纯氧化铌、氧化铌溅射靶材和全面推进新兴产业标准体系建设中研制高纯/超高纯金属及靶材、超导材料等功能材料及检测方法标准的需求以及氧化铌、铌粉、熔炼铌、铌锭等产成品的需要。

本标准在制定过程中，参照了GB/T 15076.10－2019《钽铌化学分析方法 第10部分：铌中铁、镍、铬、钛、锆、铝和锰量的测定 直流电弧原子发射光谱法》和GB/T 15076.11-2020《钽铌化学分析方法 第11部分：铌中砷、锑、铅、锡和铋量的测定 直流电弧原子发射光谱法》，并结合我国铌生产企业和使用加工企业的生产工艺技术水平，经过调研在生产的实际水平上确定的。本标准操作方便规范，可执行性强，提高了检测效率，检测范围涵盖了当前铌产品中多元素含量的对应范围，充分满足了现阶段生产和科研的检测要求。本文件规范了铌中多元素的测定，有利于整个行业分析水平的提升，为铌行业的生产提供了保证。本文件颁布实施后，有利于采用统一的分析方法开展产品质量检验工作，为有效减少供应商和客户之间因分析差异造成的纠纷提供了重要的技术支撑，也有助于进一步推动铌行业的高质量发展，具有较大的社会效益和经济效益。

四、与国际、国外同类标准技术内容的对比情况，或者与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况

经查询，无相同类型的国际国外标准。

五、以国际标准为基础的起草情况，以及是否合规引用或者采用国际国外标准，并说明未采用国际标准的原因

经查询，无相同类型的国际国外标准。本标准未采用国际国外标准，不存在引用国际国外标准的情况。

六、与有关法律、行政法规及相关标准的关系

本标准的技术内容与现行相关法律、法规和强制性国家标准没有冲突。在标准修订过程中充分考虑到了国内外铌相关产品标准的技术内容，修订后铌中多元素含量的测定范围完全覆盖了目前所有可能出现的铌样品，能够与国内外现行的铌产品标准配套使用。本标准内容全面、条款详细、格式规范，符合GB/T 1.1-2020的相关要求。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

编制组严格按既定编制原则进行编写，本文件起草过程中并未发生重大的分歧意见。

八、涉及专利的有关说明

本标准不涉及专利问题。

九、实施国家标准的要求，以及组织措施、技术措施、过渡期和实施日期的建议等措施建议

首先应在实施前保证标准文本的充足供应，使每个生产企业以及检测机构等都能及时获取本标准文本，这是保证新标准贯彻实施的基础。本次修订的《钽铌化学分析方法 第10部分：铌中多元素含量的测定 直流电弧原子发射光谱法》与生产企业及检测机构等息息相关。对于标准使用过程中容易出现的疑问，起草单位有义务进行必要的解释。可以针对标准使用的不同对象，有侧重点地开展标准培训与宣贯，以保证标准的贯彻实施。

建议本标准批准发布后6个月后实施，实施后代替GB/T 15076.10—2019《钽铌化学分析方法 第10部分：铌中铁、镍、铬、钛、锆、铝和锰量的测定 直流电弧原子发射光谱法》和GB/T 15076.11－2020《钽铌化学分析方法 第11部分：铌中砷、锑、铅、锡和铋量的测定 直流电弧原子发射光谱法》。

十、公平竞争审查

经审查，该标准没有违反《公平竞争审查条例》和《公平竞争审查条例实施办法》，符合公平竞争要求。

十一、其他应予以说明的事项

本文件在GB/T 15076.10—2019《钽铌化学分析方法 第10部分：铌中铁、镍、铬、钛、锆、铝和锰量的测定 直流电弧原子发射光谱法》和GB/T 15076.11－2020《钽铌化学分析方法 第11部分：铌中砷、锑、铅、锡和铋量的测定 直流电弧原子发射光谱法》标准基础上进行了合理修订，并结合我国铌生产企业和使用加工企业的生产工艺技术水平，经过调研在分析检测的实际水平上确定的。本标准具有操作简便、快速的特点，分析结果准确、可靠。本文件充分考虑了国内铌产品当前及预期对铁、铬、镍、锰、钛、铝、铜、锆、钙、镁、砷、锑、铅、锡和铋含量的测定需求，将是我国目前较为先进的铌中铁、铬、镍、锰、钛、铝、铜、锆、钙、镁、砷、锑、铅、锡和铋含量的分析标准，能满足我国铌及其合金技术发展的客观要求，代表了我国在该领域的先进性水平，符合我国现阶段的具体实际。通过本标准的实施，将进一步规范铌中铁、铬、镍、锰、钛、铝、铜、锆、钙、镁、砷、锑、铅、锡和铋含量的分析检测工作，有利于市场公平交易环境的形成，具有较大的社会效益，可以积极向国内生产、加工和使用企业及国内外用户推荐采用本标准。

国家标准《钽铌化学分析方法 第10部分：铌中多元素含量的测定》编制组

2026-6

附录：实验室代码见附录 A，组间格拉布斯检验见附录 B，等精度检验（科克伦检验）见附录 C.

附录 A

表 A.1 实验室代码编号

代码	实验室名称	备注
1	宁夏东方钽业股份有限公司	主起草单位
2	西安汉唐分析检测有限公司	一验
3	九江有色金属冶炼有限公司	二验
4	西北稀有金属材料研究院宁夏有限公司	二验
5	宝钛集团有限公司	二验

附录 B

在每个样品水平中将各实验室精密度测试结果的平均值重新组成一组新的数据组，视为单个测定值，计算新数据组的总体平均值和单次测量标准偏差 s；采用格拉布斯（Grubbs）法对 9 个样品中铁、铬、镍、锰、钛、铝、铜、锆、钙、镁、砷、锑、铅、锡和铋含量的不同水平进行离群值检验，结果见表 B.1～表 B.15 所示。

表 B.1 铁含量组间格拉布斯离群值检验结果（%）

单位编号	铌中多杂-1	铌中多杂-2	铌中多杂-3	铌中多杂-4	铌中多杂-5	铌中多杂-6	铌中多杂-8
1	0.00049	0.00210	0.00622	0.0201	0.0262	0.0505	0.0770
2	0.00049	0.00209	0.00627	0.0197	0.0258	0.0501	0.0769
3	0.00051	0.00231	0.00614	0.0205	0.0255	0.0486	0.0745
4	0.00047	0.00222	0.00649	0.0203	0.0272	0.0517	0.0789
5	0.00048	0.00215	0.00632	0.0202	0.0268	0.0513	0.0773
总平均值	0.00049	0.002	0.006	0.020	0.026	0.050	0.077
s	0.000013	0.00009	0.00013	0.00029	0.00070	0.00122	0.00155
RSD	2.68	4.15	2.08	1.42	2.68	2.41	2.02
G1	1.204	0.898	1.117	1.509	1.151	1.519	1.522
Gn	1.426	1.501	1.557	1.200	1.263	1.023	1.276
λ(0.05,5,11)	1.715	1.715	1.715	1.715	1.715	1.715	1.715
λ(0.01,5,11)	1.764	1.764	1.764	1.764	1.764	1.764	1.764
判定结果	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值

表 B.2 铬含量组间格拉布斯离群值检验结果（%）

单位编号	铌中多杂-1	铌中多杂-2	铌中多杂-3	铌中多杂-4	铌中多杂-5	铌中多杂-6	铌中多杂-8
1	0.00053	0.00208	0.00511	0.0162	0.0256	0.0457	0.0797
2	0.00053	0.00217	0.00516	0.0160	0.0251	0.0455	0.0796
3	0.00054	0.00227	0.00520	0.0169	0.0266	0.0470	0.0776
4	0.00052	0.00221	0.00544	0.0170	0.0245	0.0440	0.0819
5	0.00053	0.00219	0.00530	0.0171	0.0259	0.0469	0.0809
总平均值	0.00053	0.00218	0.00524	0.01664	0.02553	0.04581	0.07993
s	0.00001	0.00007	0.00013	0.00048	0.00080	0.00124	0.00160
RSD	1.64	3.22	2.46	2.90	3.15	2.70	2.00
G1	1.088	1.539	1.008	1.235	1.323	1.497	1.444
Gn	1.633	1.215	1.498	0.761	1.323	0.966	1.219
λ(0.05,5,11)	1.715	1.715	1.715	1.715	1.715	1.715	1.715
λ(0.01,5,11)	1.764	1.764	1.764	1.764	1.764	1.764	1.764
判定结果	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值

表 B.3 镍含量组间格拉布斯离群值检验结果（%）

单位编号	铌中多杂-1	铌中多杂-2	铌中多杂-3	铌中多杂-4	铌中多杂-5	铌中多杂-6
1	0.00049	0.00202	0.00540	0.0155	0.0240	0.0427
2	0.00050	0.00200	0.00537	0.0159	0.0250	0.0422
3	0.00050	0.00208	0.00545	0.0158	0.0237	0.0438

4	0.00053	0.00211	0.00560	0.0149	0.0259	0.0411
5	0.00049	0.00204	0.00548	0.0153	0.0244	0.0433
总平均值	0.00050	0.00205	0.00546	0.0155	0.0246	0.0426
s	0.00002	0.00004	0.00009	0.00041	0.00086	0.0010
RSD	3.39	2.10	1.60	2.64	3.52	2.43
G1	0.825	1.127	0.981	1.452	0.979	1.456
Gn	1.692	1.321	1.565	1.086	1.512	1.120
λ(0.05,5,11)	1.715	1.715	1.715	1.715	1.715	1.715
λ(0.01,5,11)	1.764	1.764	1.764	1.764	1.764	1.764
判定结果	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值

表 B.4 锰含量组间格拉布斯离群值检验结果（%）

单位编号	铌中多杂-1	铌中多杂-2	铌中多杂-3	铌中多杂-4	铌中多杂-5	铌中多杂-6
1	0.00053	0.00228	0.00512	0.0159	0.0253	0.0482
2	0.00052	0.00226	0.00515	0.0159	0.0254	0.0484
3	0.00057	0.00233	0.00505	0.0167	0.0240	0.0472
4	0.00053	0.00224	0.00530	0.0155	0.0259	0.0498
5	0.00055	0.00229	0.00526	0.0164	0.0247	0.0495
总平均值	0.00054	0.0023	0.0052	0.0160	0.0252	0.0484
s	0.00002	0.00003	0.00009	0.00043	0.00074	0.00091
RSD	3.73	1.53	1.78	2.69	2.95	1.87
G1	0.787	0.600	1.067	1.232	1.702	1.318
Gn	1.519	1.435	1.640	1.532	0.862	1.490
λ(0.05,5,11)	1.715	1.715	1.715	1.715	1.715	1.715
λ(0.01,5,11)	1.764	1.764	1.764	1.764	1.764	1.764
判定结果	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值

表 B.5 钛含量组间格拉布斯离群值检验结果（%）

单位编号	铌中多杂-1	铌中多杂-2	铌中多杂-3	铌中多杂-4	铌中多杂-5	铌中多杂-6
1	0.00049	0.00197	0.00675	0.0169	0.0267	0.0486
2	0.00050	0.00198	0.00674	0.0170	0.0267	0.0482
3	0.00050	0.00212	0.00691	0.0174	0.0275	0.0469
4	0.00050	0.00196	0.00678	0.0168	0.0258	0.0493
5	0.00051	0.00202	0.00682	0.0171	0.0267	0.0483
总平均值	0.00050	0.00201	0.00680	0.0171	0.0267	0.0483
s	0.000007	0.00007	0.00007	0.00024	0.00061	0.00087
RSD	1.33	3.30	1.01	1.38	2.29	1.80
G1	0.908	0.812	0.848	0.958	1.433	1.552
Gn	1.706	1.671	1.576	1.553	1.391	1.205
λ(0.05,5,11)	1.715	1.715	1.715	1.715	1.715	1.715
λ(0.01,5,11)	1.764	1.764	1.764	1.764	1.764	1.764
判定结果	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值

表 B.6 铝含量组间格拉布斯离群值检验结果（%）

单位编号	铌中多杂-1	铌中多杂-2	铌中多杂-3	铌中多杂-4	铌中多杂-5	铌中多杂-6	铌中多杂-7
1	0.00050	0.00190	0.00500	0.0158	0.02372	0.0459	0.0801
2	0.00050	0.00194	0.00500	0.0156	0.0239	0.0458	0.0805
3	0.00049	0.00198	0.00509	0.0167	0.0249	0.0472	0.0818
4	0.00053	0.00190	0.00483	0.0164	0.0237	0.0459	0.0784
5	0.00052	0.00191	0.00506	0.0159	0.0243	0.0465	0.0802
总平均值	0.00051	0.00193	0.00500	0.0160	0.0241	0.0462	0.0802
s	0.00002	0.00003	0.00010	0.00045	0.00052	0.00060	0.0012
RSD	3.28	1.73	2.01	2.79	2.14	1.29	1.53
G1	0.893	0.801	1.645	1.076	0.779	0.680	1.475
Gn	1.339	1.570	0.946	1.360	1.601	1.608	1.328
入(0.05,5,11)	1.715	1.715	1.715	1.715	1.715	1.715	1.715
入(0.01,5,11)	1.764	1.764	1.764	1.764	1.764	1.764	1.764
判定结果	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值

表 B.7 铜含量组间格拉布斯离群值检验结果（%）

单位编号	铌中多杂-1	铌中多杂-2	铌中多杂-3	铌中多杂-4	铌中多杂-5	铌中多杂-6
1	0.00052	0.00204	0.00482	0.0149	0.0259	0.0463
2	0.00051	0.00208	0.00483	0.0157	0.0257	0.0462
3	0.00053	0.00216	0.00506	0.0152	0.0265	0.0472
4	0.00050	0.00204	0.00473	0.0148	0.0250	0.0449
5	0.00052	0.00205	0.00486	0.0153	0.0263	0.0462
总平均值	0.00052	0.00207	0.00486	0.0152	0.0259	0.0462
s	0.00001	0.00005	0.00012	0.00037	0.00057	0.00084
RSD	2.69	2.44	2.48	2.43	2.20	1.82
G1	1.352	0.708	1.056	1.014	1.450	1.531
Gn	1.273	1.701	1.648	1.472	1.068	1.274
入(0.05,5,11)	1.715	1.715	1.715	1.715	1.715	1.715
入(0.01,5,11)	1.764	1.764	1.764	1.764	1.764	1.764
判定结果	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值

表 B.8 锆含量组间格拉布斯离群值检验结果（%）

单位编号	铌中多杂-1	铌中多杂-2	铌中多杂-3	铌中多杂-4	铌中多杂-5	铌中多杂-6
1	0.00049	0.00188	0.00534	0.0145	0.0250	0.0446
2	0.00051	0.00189	0.00534	0.0145	0.0251	0.0442
3	0.00053	0.00205	0.00543	0.0154	0.0260	0.0464
4	0.00050	0.00185	0.00530	0.0140	0.0242	0.0429
5	0.00051	0.00197	0.00535	0.0149	0.0251	0.0449
总平均值	0.00051	0.00193	0.00535	0.0147	0.0251	0.0446
s	0.00001	0.00008	0.00005	0.00052	0.00064	0.00129
RSD	2.41	4.27	0.86	3.57	2.55	2.90
G1	1.184	0.933	1.085	1.248	1.365	1.342
Gn	1.480	1.516	1.628	1.421	1.444	1.422

λ(0.05,5,11)	1.715	1.715	1.715	1.715	1.715	1.715
λ(0.01,5,11)	1.764	1.764	1.764	1.764	1.764	1.764
判定结果	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值

表 B.9 钙含量组间格拉布斯离群值检验结果（%）

单位编号	锯中多杂-1	锯中多杂-2	锯中多杂-3	锯中多杂-4	锯中多杂-5	锯中多杂-6
1	0.00056	0.00211	0.00782	0.0196	0.0273	0.0495
2	0.00055	0.00214	0.00782	0.0194	0.0280	0.0491
3	0.00052	0.00206	0.00768	0.0192	0.0288	0.0511
4	0.00054	0.00221	0.00797	0.0208	0.0296	0.0481
5	0.00053	0.00211	0.00781	0.0197	0.0286	0.0500
总平均值	0.00054	0.00213	0.00782	0.0197	0.0284	0.0496
s	0.00002	0.00005	0.00011	0.00063	0.00087	0.0011
RSD	2.89	2.52	1.36	3.21	3.06	2.20
G1	1.505	1.256	1.352	0.863	1.335	1.301
Gn	1.120	1.486	1.468	1.689	1.312	1.399
λ(0.05,5,11)	1.715	1.715	1.715	1.715	1.715	1.715
λ(0.01,5,11)	1.764	1.764	1.764	1.764	1.764	1.764
判定结果	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值

表 B.10 镁含量组间格拉布斯离群值检验结果（%）

单位编号	锯中多杂-1	锯中多杂-2	锯中多杂-3	锯中多杂-4	锯中多杂-5	锯中多杂-6
1	0.00051	0.00204	0.00512	0.0153	0.0239	0.0446
2	0.00051	0.00205	0.00512	0.0152	0.0238	0.0441
3	0.00054	0.00209	0.00496	0.0146	0.0251	0.0459
4	0.00050	0.00192	0.00503	0.0162	0.0229	0.0431
5	0.00051	0.00208	0.00514	0.0155	0.0241	0.0448
总平均值	0.00052	0.00204	0.00507	0.0154	0.0240	0.0445
s	0.000012	0.000067	0.000080	0.00056	0.00080	0.0010
RSD	2.33	3.29	1.58	3.63	3.33	2.26
G1	1.074	1.696	1.469	1.336	1.343	1.352
Gn	1.649	0.800	0.600	1.434	1.462	1.401
λ(0.05,5,11)	1.715	1.715	1.715	1.715	1.715	1.715
λ(0.01,5,11)	1.764	1.764	1.764	1.764	1.764	1.764
判定结果	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值

表 B.11 砷含量组间格拉布斯离群值检验结果（%）

单位编号	锯中多杂-1	锯中多杂-2	锯中多杂-3	锯中多杂-4	锯中多杂-5	锯中多杂-6
1	0.00044	0.00183	0.00443	0.0143	0.0248	0.0442
2	0.00045	0.00182	0.00439	0.0147	0.0253	0.0440
3	0.00047	0.00189	0.00459	0.0150	0.0263	0.0460
4	0.00043	0.00180	0.00427	0.0138	0.0262	0.0422
5	0.00043	0.00184	0.00444	0.0146	0.0248	0.0445

总平均值	0.00044	0.00184	0.00442	0.0145	0.0255	0.0442
s	0.00002	0.00003	0.00012	0.00046	0.00073	0.0013
RSD	3.48	1.78	2.60	3.17	2.85	3.03
G1	0.787	1.051	1.342	1.487	0.946	1.453
Gn	1.680	1.618	1.448	1.130	1.005	1.355
λ(0.05,5,11)	1.715	1.715	1.715	1.715	1.715	1.715
λ(0.01,5,11)	1.764	1.764	1.764	1.764	1.764	1.764
判定结果	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值

表 B.12 锑含量组间格拉布斯离群值检验结果（%）

单位编号	铌中多杂-1	铌中多杂-2	铌中多杂-3	铌中多杂-4	铌中多杂-5	铌中多杂-6
1	0.00050	0.00219	0.00783	0.0167	0.0272	0.0485
2	0.00050	0.00220	0.00773	0.0167	0.0270	0.0483
3	0.00048	0.00210	0.00792	0.0172	0.0262	0.0473
4	0.00052	0.00225	0.00773	0.0163	0.0279	0.0499
5	0.00051	0.00223	0.00784	0.0169	0.0273	0.0485
总平均值	0.00050	0.00219	0.00781	0.0168	0.0271	0.0485
s	0.00001	0.00006	0.00008	0.00034	0.00060	0.00094
RSD	2.31	2.62	1.01	2.04	2.22	1.93
G1	1.431	1.630	0.975	1.318	1.470	1.308
Gn	1.321	0.986	1.361	1.393	1.283	1.501
λ(0.05,5,11)	1.715	1.715	1.715	1.715	1.715	1.715
λ(0.01,5,11)	1.764	1.764	1.764	1.764	1.764	1.764
判定结果	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值

表 B.13 铅含量组间格拉布斯离群值检验结果（%）

单位编号	铌中多杂-1	铌中多杂-2	铌中多杂-3	铌中多杂-4	铌中多杂-5	铌中多杂-6
1	0.00048	0.00189	0.00590	0.0148	0.0245	0.0443
2	0.00048	0.00187	0.00592	0.0148	0.0243	0.0439
3	0.00050	0.00200	0.00601	0.0157	0.0254	0.0459
4	0.00051	0.00185	0.00582	0.0142	0.0239	0.0434
5	0.00049	0.00191	0.00596	0.0154	0.0243	0.0446
总平均值	0.00049	0.00190	0.00592	0.0150	0.0245	0.0444
s	0.00001	0.00006	0.00007	0.00057	0.00057	0.00093
RSD	2.10	3.01	1.22	3.82	2.32	2.10
G1	0.985	0.900	1.443	1.396	1.077	1.109
Gn	1.302	1.668	1.223	1.195	1.631	1.571
λ(0.05,5,11)	1.715	1.715	1.715	1.715	1.715	1.715
λ(0.01,5,11)	1.764	1.764	1.764	1.764	1.764	1.764
判定结果	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值

表 B.14 锡含量组间格拉布斯离群值检验结果（%）

单位编号	铌中多杂-1	铌中多杂-2	铌中多杂-3	铌中多杂-4	铌中多杂-5	铌中多杂-6	铌中多杂-9

1	0.00047	0.00212	0.00485	0.0145	0.0239	0.0421	0.0795
2	0.00046	0.00208	0.00494	0.0145	0.0234	0.0420	0.0796
3	0.00049	0.00218	0.00506	0.0140	0.0232	0.0410	0.0776
4	0.00048	0.00215	0.00498	0.0150	0.0249	0.0437	0.0815
5	0.00048	0.00212	0.00485	0.0143	0.0237	0.0418	0.0795
总平均值	0.00048	0.00213	0.00494	0.0145	0.0238	0.0421	0.0795
s	0.00001	0.00004	0.00009	0.00038	0.00067	0.00098	0.0014
RSD	2.62	1.68	1.79	2.62	2.80	2.33	1.75
G1	1.228	1.386	0.956	1.314	0.947	1.134	1.411
Gn	1.257	1.254	1.367	1.441	1.645	1.612	1.416
λ(0.05,5,11)	1.715	1.715	1.715	1.715	1.715	1.715	1.715
λ(0.01,5,11)	1.764	1.764	1.764	1.764	1.764	1.764	1.764
判定结果	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值

表 B.15 铋含量组间格拉布斯离群值检验结果（%）

单位编号	铌中多杂-1	铌中多杂-2	铌中多杂-3	铌中多杂-4	铌中多杂-5	铌中多杂-6
1	0.00050	0.00201	0.00552	0.0154	0.0262	0.0447
2	0.00050	0.00197	0.00546	0.0153	0.0266	0.0448
3	0.00051	0.00206	0.00566	0.0159	0.0273	0.0464
4	0.00052	0.00204	0.00558	0.0150	0.0254	0.0432
5	0.00050	0.00199	0.00548	0.0152	0.0262	0.0452
总平均值	0.00050	0.00202	0.00554	0.0154	0.0263	0.0449
s	0.00001	0.00004	0.00008	0.00035	0.00071	0.00114
RSD	1.66	1.76	1.43	2.29	2.70	2.54
G1	0.891	1.160	0.954	1.103	1.361	1.461
Gn	1.608	1.176	1.465	1.616	1.397	1.322
λ(0.05,5,11)	1.715	1.715	1.715	1.715	1.715	1.715
λ(0.01,5,11)	1.764	1.764	1.764	1.764	1.764	1.764
判定结果	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值

从表 B.1～表 B.15 中 Grubbs 检验结果可知，9 个样品无离群值。

附录C

采用柯克伦（*Cochran*）检验对每个样品水平剔除离群值后的测试数据进行等精度检验，结果见表C.1～表C.15所示。将一个数据组中的最大方差与该数据的方差和进行比较，按照下式计算统计量 C_{max} ：

$$C_{\max} = s_{\max}^2 \Big/ \sum_{i=1}^{m} s_i^2$$

根据索取显著性水平 σ、数据组数 m 和重复性次数 n，查的 *Cochran* 临界值 $C(\sigma, m, n)$。当统计量 C_{max} 小于显著性水平 σ=0.05 下的临界值，则判定为正确值；

当 C_{max} 大于显著性水平α=0.05 下的临界值时，且小于显著性水平α=0.01 下的临界值时，则判定为岐离值，此时该测量值若非技术错误导致，则仍可计入后续统计；当 C_{max} 大于显著性水平α=0.01 下的临界值时，则判定为离群值，应当剔除。

表C.1 柯克伦（Cochran）等精度检验结果（铁元素）

单位编号	铌中多杂-1	铌中多杂-2	铌中多杂-3	铌中多杂-4	铌中多杂-5	铌中多杂-6	铌中多杂-8
	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)
1	0.000028	0.000087	0.00018	0.00051	0.00061	0.00068	0.00090
2	0.000027	0.000089	0.00012	0.00052	0.00057	0.00076	0.00106
3	0.000022	0.000066	0.00017	0.00033	0.00049	0.00092	0.00124
4	0.000020	0.000062	0.00017	0.00042	0.00052	0.00086	0.00121
5	0.000018	0.000067	0.00009	0.00045	0.00034	0.00064	0.00088
s_{max}	0.000028	0.000089	0.00018	0.00052	0.00061	0.00092	0.00124
s^2_{max}	0.000000001	0.000000008	0.000000032	0.0000003	0.0000004	0.0000008	0.0000015
$\sum s_i^2$	0.000000003	0.000000028	0.00000011	0.0000010	0.0000013	0.0000030	0.0000057
$C_{max}=s^2_{max}/\sum s_i^2$	0.2961	0.2824	0.2890	0.2702	0.2795	0.2768	0.2682
$C(\alpha, m, n)$	C（0.05,5,11)=0.4118，C（0.01,5,11)=0.4697						
判定结果	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值

表C.2 柯克伦（Cochran）等精度检验结果（铬元素）

单位编号	铌中多杂-1	铌中多杂-2	铌中多杂-3	铌中多杂-4	铌中多杂-5	铌中多杂-6	铌中多杂-8
	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)
1	0.00004	0.00010	0.00018	0.00043	0.00049	0.00057	0.00081
2	0.00003	0.00007	0.00018	0.00032	0.00049	0.00063	0.00078
3	0.00002	0.00007	0.00014	0.00032	0.00053	0.00068	0.00134
4	0.00003	0.00007	0.00013	0.00033	0.00065	0.00068	0.00138
5	0.00003	0.00009	0.00005	0.00032	0.00048	0.00048	0.00083
s_{max}	0.00004	0.00010	0.00018	0.00043	0.00065	0.00068	0.00138
s^2_{max}	0.000000001	0.000000011	0.000000033	0.00000019	0.00000042	0.00000047	0.0000019
$\sum s_i^2$	0.000000005	0.000000034	0.00000010	0.00000061	0.0000014	0.0000019	0.0000056
$C_{max}=s^2_{max}/\sum s_i^2$	0.2588	0.3124	0.3281	0.3062	0.2973	0.2472	0.3359
$C(\alpha, m, n)$	C（0.05,5,11)=0.4118，C（0.01,5,11)=0.4697						
判定结果	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值

表 C.3 柯克伦（Cochran）等精度检验结果（镍元素）

单位编号	铌中多杂-1	铌中多杂-2	铌中多杂-3	铌中多杂-4	铌中多杂-5	铌中多杂-6
	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)
1	0.00003	0.00008	0.00014	0.00034	0.00041	0.00061
2	0.00003	0.00008	0.00013	0.00034	0.00049	0.00063
3	0.00003	0.00005	0.00009	0.00035	0.00054	0.00082
4	0.00003	0.00006	0.00014	0.00038	0.00055	0.00084
5	0.00003	0.00006	0.00009	0.00035	0.00035	0.00067
s_{max}	0.000032	0.000084	0.000142	0.000383	0.000553	0.000838
s^2_{max}	0.000000001	0.000000007	0.00000002	0.0000001	0.0000003	0.0000007
$\sum_{i=1}^{n} s_i^2$	0.000000005	0.000000024	0.00000007	0.0000006	0.0000011	0.0000026
$C_{max}=s^2_{max}/\sum_{i=1}^{n} s_i^2$	0.2175	0.2990	0.2769	0.2370	0.2698	0.2716
$C(\alpha,m,n)$	C（0.05,5,11)=0.4118，C（0.01,5,11)=0.4697					
判定结果	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值

表 C.4 柯克伦（Cochran）等精度检验结果（锰元素）

单位编号	铌中多杂-1	铌中多杂-2	铌中多杂-3	铌中多杂-4	铌中多杂-5	铌中多杂-6
	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)
1	0.00003	0.00008	0.00014	0.00034	0.00048	0.00077
2	0.00002	0.00008	0.00012	0.00035	0.00046	0.00080
3	0.00002	0.00005	0.00011	0.00031	0.00046	0.00087
4	0.00003	0.00006	0.00011	0.00037	0.00058	0.00088
5	0.00002	0.00006	0.00009	0.00037	0.00060	0.00070
s_{max}	0.00003	0.00008	0.00014	0.00037	0.00058	0.00088
s^2_{max}	0.000000001	0.000000007	0.00000002	0.00000014	0.00000033	0.00000077
$\sum_{i=1}^{n} s_i^2$	0.000000003	0.000000024	0.00000007	0.00000062	0.00000135	0.00000326
$C_{max}=s^2_{max}/\sum_{i=1}^{n} s_i^2$	0.2555	0.3002	0.2833	0.2273	0.2484	0.2372
$C(\alpha,m,n)$	C（0.05,5,11)=0.4118，C（0.01,5,11)=0.4697					
判定结果	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值

表 C.5 柯克伦（Cochran）等精度检验结果（钛元素）

单位编号	铌中多杂-1	铌中多杂-2	铌中多杂-3	铌中多杂-4	铌中多杂-5	铌中多杂-6
	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)
1	0.00004	0.00008	0.00019	0.00043	0.00058	0.00057
2	0.00003	0.00008	0.00019	0.00043	0.00044	0.00063
3	0.00002	0.00005	0.00011	0.00023	0.00049	0.00093
4	0.00002	0.00004	0.00009	0.00025	0.00040	0.00102
5	0.00002	0.00005	0.00008	0.00033	0.00048	0.00062
s_{max}	0.00004	0.00008	0.00019	0.00043	0.00058	0.00102
s^2_{max}	0.000000001	0.000000006	0.00000004	0.00000019	0.00000034	0.0000010
$\sum_{i=1}^{n} s_i^2$	0.000000004	0.000000020	0.00000010	0.00000060	0.00000116	0.0000030

$C_{max}=s^2_{max}/\sum_{i=1}^{n}s_i^2$	0.3837	0.3210	0.3704	0.3169	0.2932	0.3478
$C(\alpha,m,n)$	C（0.05,5,11)=0.4118，C（0.01,5,11)=0.4697					
判定结果	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值

表 C.6　柯克伦（Cochran）等精度检验结果（铝元素）

单位编号	铌中多杂-1	铌中多杂-2	铌中多杂-3	铌中多杂-4	铌中多杂-5	铌中多杂-6	铌中多杂-7
	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)
1	0.00003	0.00008	0.00008	0.00036	0.00027	0.00066	0.00090
2	0.00003	0.00008	0.00006	0.00036	0.00028	0.00069	0.00101
3	0.00003	0.00006	0.00008	0.00029	0.00038	0.00059	0.00094
4	0.00003	0.00006	0.00008	0.00041	0.00039	0.00070	0.00098
5	0.00003	0.00005	0.00007	0.00033	0.00038	0.00061	0.00089
s_{max}	0.00003	0.00008	0.00008	0.00041	0.00038	0.00070	0.00101
s^2_{max}	0.000000001	0.000000007	0.000000007	0.00000016	0.00000014	0.00000049	0.0000010
$\sum_{i=1}^{n}s_i^2$	0.000000004	0.000000023	0.000000027	0.00000062	0.00000060	0.00000212	0.0000045
$C_{max}=s^2_{max}/\sum_{i=1}^{n}s_i^2$	0.2515	0.2994	0.2643	0.2651	0.2387	0.2299	0.2280
$C(\alpha,m,n)$	C（0.05,5,11)=0.4118，C（0.01,5,11)=0.4697						
判定结果	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值

表 C.7　柯克伦（Cochran）等精度检验结果（铜元素）

单位编号	铌中多杂-1	铌中多杂-2	铌中多杂-3	铌中多杂-4	铌中多杂-5	铌中多杂-6
	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)
1	0.00002	0.00006	0.00010	0.00028	0.00049	0.00076
2	0.00002	0.00006	0.00010	0.00037	0.00049	0.00070
3	0.00002	0.00007	0.00010	0.00032	0.00072	0.00070
4	0.00002	0.00005	0.00008	0.00031	0.00056	0.00083
5	0.00002	0.00007	0.00010	0.00030	0.00053	0.00076
s_{max}	0.00002	0.00007	0.00010	0.00037	0.00072	0.00083
s^2_{max}	0.000000001	0.000000005	0.00000001	0.0000001	0.0000005	0.0000007
$\sum_{i=1}^{n}s_i^2$	0.000000002	0.000000021	0.00000004	0.0000005	0.0000016	0.0000028
$C_{max}=s^2_{max}/\sum_{i=1}^{n}s_i^2$	0.2593	0.2436	0.2300	0.2672	0.3261	0.2451
$C(\alpha,m,n)$	C（0.05,5,11)=0.4118，C（0.01,5,11)=0.4697					
判定结果	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值

表 C.8　柯克伦（Cochran）等精度检验结果（锆元素）

单位编号	铌中多杂-1	铌中多杂-2	铌中多杂-3	铌中多杂-4	铌中多杂-5	铌中多杂-6
	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)
1	0.00002	0.00007	0.00011	0.00031	0.00053	0.00084
2	0.00003	0.00007	0.00011	0.00029	0.00047	0.00076
3	0.00002	0.00005	0.00009	0.00031	0.00040	0.00073
4	0.00002	0.00007	0.00011	0.00028	0.00056	0.00085
5	0.00002	0.00005	0.00008	0.00030	0.00042	0.00056
s_{max}	0.00003	0.00007	0.00011	0.00031	0.00056	0.00085

s^2_{max}	0.000000001	0.000000005	0.00000001	0.00000010	0.00000031	0.00000071
$\sum_{i=1}^{n} s_i^2$	0.000000003	0.000000020	0.00000005	0.00000045	0.00000115	0.00000283
$C_{max}=s^2_{max}/\sum_{i=1}^{n} s_i^2$	0.2504	0.2435	0.2503	0.2186	0.2735	0.2520
$C(\alpha,m,n)$	C（0.05,5,11)=0.4118，C（0.01,5,11)=0.4697					
判定结果	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值

表 C.9　柯克伦（Cochran）等精度检验结果（钙元素）

单位编号	锯中多杂-1	锯中多杂-2	锯中多杂-3	锯中多杂-4	锯中多杂-5	锯中多杂-6
	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)
1	0.00002	0.00007	0.00019	0.00045	0.00058	0.00096
2	0.00002	0.00007	0.00018	0.00043	0.00095	0.00096
3	0.00003	0.00004	0.00013	0.00046	0.00085	0.00128
4	0.00003	0.00007	0.00015	0.00043	0.00088	0.00146
5	0.00002	0.00006	0.00015	0.00044	0.00047	0.00074
s_{max}	0.00003	0.00007	0.00019	0.00046	0.00095	0.00146
s^2_{max}	0.000000001	0.000000005	0.00000004	0.0000002	0.0000009	0.0000021
$\sum_{i=1}^{n} s_i^2$	0.000000003	0.000000020	0.00000013	0.0000010	0.0000030	0.0000062
$C_{max}=s^2_{max}/\sum_{i=1}^{n} s_i^2$	0.2519	0.2600	0.2771	0.2159	0.3031	0.3468
$C(\alpha,m,n)$	C（0.05,5,11)=0.4118，C（0.01,5,11)=0.4697					
判定结果	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值

表 C.10　柯克伦（Cochran）等精度检验结果（镁元素）

单位编号	锯中多杂-1	锯中多杂-2	锯中多杂-3	锯中多杂-4	锯中多杂-5	锯中多杂-6
	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)
1	0.00003	0.00006	0.00008	0.00057	0.00065	0.00089
2	0.00003	0.00004	0.00010	0.00057	0.00065	0.00111
3	0.00003	0.00005	0.00008	0.00062	0.00090	0.00129
4	0.00002	0.00006	0.00008	0.00057	0.00092	0.00123
5	0.00003	0.00006	0.00008	0.00050	0.00071	0.00093
s_{max}	0.00003	0.00006	0.00010	0.00062	0.00092	0.00129
s^2_{max}	0.0000000008	0.000000004	0.000000009	0.0000004	0.0000008	0.0000017
$\sum_{i=1}^{n} s_i^2$	0.0000000034	0.000000014	0.000000034	0.0000016	0.0000030	0.0000060
$C_{max}=s^2_{max}/\sum_{i=1}^{n} s_i^2$	0.2358	0.2537	0.2650	0.2406	0.2830	0.2751
$C(\alpha,m,n)$	C（0.05,5,11)=0.4118，C（0.01,5,11)=0.4697					
判定结果	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值

表 C.11　柯克伦（Cochran）等精度检验结果（砷元素）

单位编号	锯中多杂-1	锯中多杂-2	锯中多杂-3	锯中多杂-4	锯中多杂-5	锯中多杂-6
	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)
1	0.00002	0.00008	0.00015	0.00045	0.00055	0.00096
2	0.00002	0.00007	0.00014	0.00040	0.00039	0.00099
3	0.00003	0.00006	0.00013	0.00027	0.00049	0.00099
4	0.00002	0.00006	0.00011	0.00025	0.00053	0.00088

5	0.00002	0.00006	0.00012	0.00030	0.00041	0.00073
s_{max}	0.00003	0.00008	0.00015	0.00045	0.00055	0.00099
s^2_{max}	0.0000000007	0.000000007	0.00000002	0.0000002	0.0000003	0.0000010
$\sum_{i=1}^{n} s_i^2$	0.0000000028	0.000000023	0.00000008	0.0000006	0.0000011	0.0000042
$C_{max}=s^2_{max}/\sum_{i=1}^{n} s_i^2$	0.2440	0.2933	0.2691	0.3474	0.2676	0.2332
$C(\alpha,m,n)$	C（0.05,5,11)=0.4118，C（0.01,5,11)=0.4697					
判定结果	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值

表C.12　柯克伦（Cochran）等精度检验结果（锑元素）

单位编号	锯中多杂-1	锯中多杂-2	锯中多杂-3	锯中多杂-4	锯中多杂-5	锯中多杂-6
	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)
1	0.00002	0.00007	0.00016	0.00029	0.00044	0.00065
2	0.00002	0.00007	0.00010	0.00029	0.00043	0.00079
3	0.00002	0.00004	0.00014	0.00034	0.00048	0.00095
4	0.00002	0.00006	0.00014	0.00026	0.00046	0.00094
5	0.00002	0.00006	0.00009	0.00030	0.00050	0.00090
s_{max}	0.00002	0.00007	0.00016	0.00034	0.00048	0.00095
s^2_{max}	0.0000000004	0.000000005	0.00000003	0.00000012	0.0000002	0.0000009
$\sum_{i=1}^{n} s_i^2$	0.0000000017	0.000000019	0.00000009	0.00000045	0.0000011	0.0000036
$C_{max}=s^2_{max}/\sum_{i=1}^{n} s_i^2$	0.2582	0.2410	0.3160	0.2643	0.2184	0.2490
$C(\alpha,m,n)$	C（0.05,5,11)=0.4118，C（0.01,5,11)=0.4697					
判定结果	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值

表C.13　柯克伦（Cochran）等精度检验结果（铅元素）

单位编号	锯中多杂-1	锯中多杂-2	锯中多杂-3	锯中多杂-4	锯中多杂-5	锯中多杂-6
	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)
1	0.00003	0.00007	0.00011	0.00041	0.00050	0.00081
2	0.00003	0.00007	0.00008	0.00033	0.00053	0.00056
3	0.00003	0.00006	0.00009	0.00033	0.00058	0.00076
4	0.00003	0.00005	0.00010	0.00026	0.00058	0.00084
5	0.00002	0.00006	0.00010	0.00031	0.00045	0.00080
s_{max}	0.00003	0.00007	0.00011	0.00041	0.00058	0.00084
s^2_{max}	0.000000001	0.000000005	0.00000001	0.0000002	0.0000003	0.0000007
$\sum_{i=1}^{n} s_i^2$	0.000000004	0.000000020	0.00000005	0.0000005	0.0000014	0.0000029
$C_{max}=s^2_{max}/\sum_{i=1}^{n} s_i^2$	0.2971	0.2753	0.2545	0.3113	0.2434	0.2453
$C(\alpha,m,n)$	C（0.05,5,11)=0.4118，C（0.01,5,11)=0.4697					
判定结果	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值

表C.14　柯克伦（Cochran）等精度检验结果（锡元素）

单位编号	锯中多杂-1	锯中多杂-2	锯中多杂-3	锯中多杂-4	锯中多杂-5	锯中多杂-6	锯中多杂-8
	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)
1	0.00002	0.00008	0.00012	0.00042	0.00050	0.00070	0.00128
2	0.00002	0.00007	0.00007	0.00043	0.00036	0.00055	0.00099

3	0.00002	0.00006	0.00008	0.00022	0.00075	0.00099	0.00124
4	0.00002	0.00005	0.00011	0.00023	0.00072	0.00089	0.00130
5	0.00002	0.00007	0.00008	0.00038	0.00050	0.00081	0.00087
s_{max}	0.00002	0.00008	0.00012	0.00043	0.00075	0.00099	0.00130
s^2_{max}	0.0000000005	0.000000006	0.00000002	0.0000002	0.0000006	0.000001	0.000002
$\sum_{i=1}^{n} s_i^2$	0.0000000025	0.000000022	0.00000005	0.0000006	0.0000017	0.000003	0.000007
$C_{max}=s^2_{max}/\sum_{i=1}^{n} s_i^2$	0.1916	0.2908	0.3279	0.3049	0.3303	0.3033	0.2573
$C(\alpha,m,n)$	C（0.05,5,11)=0.4118，C（0.01,5,11)=0.4697						
判定结果	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值

表 C.15　柯克伦（Cochran）等精度检验结果（铋元素）

单位编号	铌中多杂-1	铌中多杂-2	铌中多杂-3	铌中多杂-4	铌中多杂-5	铌中多杂-6
	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)	S_i(%)
1	0.00003	0.00009	0.00015	0.00038	0.00053	0.00069
2	0.00003	0.00006	0.00015	0.00037	0.00057	0.00069
3	0.00003	0.00005	0.00012	0.00029	0.00059	0.00103
4	0.00003	0.00006	0.00011	0.00027	0.00060	0.00110
5	0.00002	0.00006	0.00010	0.00034	0.00056	0.00064
s_{max}	0.00003	0.00009	0.00015	0.00038	0.00060	0.00110
s^2_{max}	0.000000001	0.000000008	0.00000002	0.0000001	0.00000036	0.0000012
$\sum_{i=1}^{n} s_i^2$	0.000000005	0.000000021	0.00000008	0.0000006	0.00000163	0.0000036
$C_{max}=s^2_{max}/\sum_{i=1}^{n} s_i^2$	0.2499	0.3631	0.2872	0.2561	0.2199	0.3303
$C(\alpha,m,n)$	C（0.05,5,11)=0.4118，C（0.01,5,11)=0.4697					
判定结果	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值	无离群值

从表 C.1～表 C.15 中 Cochran 检验结果可知，9 个样品无离群值。