

**稀土矿石化学分析方法 第3部分：锂、铍、
钪、锰、钴、镍、铜、锌、镓、铷、铈、钼、
铟、铯、钽、钨、铪、铅、铋、钍、铀及15
个稀土元素含量的测定 混合酸分解—电感
耦合等离子体质谱法（报批稿）**

编制说明

国家地质实验测试中心

二〇二二年九月

目录

第一章 任务来源和编制过程	3
1.1 任务来源.....	3
1.2 编制过程.....	3
1.3 参加方法精密度协作试验的单位.....	5
1.4 主要编制人员.....	6
第二章 标准编制原则和确定标准主要内容的依据	7
2.1 标准编制的主要原则.....	7
2.2 确定标准主要内容依据.....	7
第三章 标准方法主要条件实验研究	9
3.1 样品分解方法的研究.....	9
3.2 质谱干扰及干扰扣除.....	16
3.3 干扰扣除对测定结果的不确定度的影响.....	18
3.4 稀土元素的线性实验.....	19
3.5 介质对质谱测定的影响.....	21
3.6 实验室内验证数据.....	22
3.7 分析方法参数.....	28
3.8 方法质量参数确定（方法准确度协作试验）	28
3.9 主要试验的分析综述报告及技术经济论证.....	91
第四章 采用国际标准和国外先进标准的程度以及与国际、国内同类标准水平的 对比情况	92
第五章 与有关的现行法律、法规和标准的关系	93
第六章 重大分歧意见的处理经过和依据	93
第七章 标准作为强制性和推荐性标准的建议	94
第八章 贯彻标准的要求和措施建议	95
第九章 废止现行有关标准的建议	97
第十章 其他应予说明的事项	98

第一章 任务来源和编制过程

1.1 任务来源

工作内容名称：铌钽、稀土、铍矿石分析标准方法研究

所属子项目：铝土矿、典型轻稀土等 17 种标准物质和铌钽铍稀土等 8 项标准方法研制

子项目编码：DD20160095-3

任务书编号：[2015]05-03-02-081

工作起止年限：2015 年—2016 年

组织审查单位：地调局总工室

所属项目名称：地质调查标准制修订与升级推广项目

实施单位：中国地质调查局发展研究中心

所属工程名称：地质矿产调查战略与规划支撑工程

工程牵头单位：中国地质调查局发展研究中心

所属计划名称：国土资源开发与保护基础地质支撑计划

子项目承担单位：国家地质实验测试中心

本部分的研究工作主要由刘贵磊，温宏利，马生凤，许俊玉等人承担完成；分析方法主要起草人：刘贵磊、朱云、芦苇、王蕾、马生凤、张欣、许俊玉、温宏利、安子怡、屈文俊。

本部分在 2019 年 11 月列入标准制修订计划，文件号：自然资办发【2019】49 号；文件名称：《自然资源部办公厅关于印发 2019 年度自然资源标准制修订计划的通知》；标准计划号 201913033。

1.2 编制过程

1.2.1 预研阶段

本项目标准方法研究是在地调工作项目《现代光质谱技术在钨铁铜等重要矿种成矿及伴生元素同时分析中的研究与应用示范》的研究任务基础上，于 2015 年 1 月开始启动，根据任务书的要求，查询了稀土矿石检测相关的标准和文献资料，明确了本标准制定的主要问题、技术难点、技术路线和实验方案，组织内部专家论证，指出在标准制定过程中应对标准中的检出限、测定限、分析步骤等内

容进一步细化,使其更具有可操作性。编制了项目工作内容设计书,设计书于2015年6月通过了中国地质调查局组织有关专家的审查,根据专家审查意见完成了对设计书的修改,同时向项目组织实施单位中国地质调查局发展研究中心提交了修改后的工作内容设计书和设计修改说明。确定了标准的工作内容为五个新增标准方法:

1. 《铌矿石 钽矿石化学分析方法 第1部分:铌、钽、钨含量的测定 封闭酸溶-电感耦合等离子体原子发射光谱法》;
2. 《铌矿石 钽矿石化学分析方法 第2部分:锂、铷、铍、镍、铜、锌、铈、钽、钨和钇元素含量的测定 封闭酸溶-电感耦合等离子体质谱法》;
3. 《稀土矿石化学分析方法 第1部分:二氧化硅、三氧化二铝、三氧化二铁、氧化钙、氧化镁、氧化钾、氧化钠、二氧化钛、氧化锰、五氧化二磷、铈和钡含量的测定 偏硼酸锂熔融—电感耦合等离子体原子发射光谱法》;
4. 《稀土矿石化学分析方法 第2部分:铝、铁、钙、镁、钾、钠、钛、锰、磷及15个稀土元素含量的测定 混合酸分解—电感耦合等离子体原子发射光谱法》;
5. 《稀土矿石化学分析方法 第3部分:锂、铍、铈、锰、钴、镍、铜、锌、镓、铷、铈、钼、铟、铯、钽、钨、铪、铅、铋、钍、铀及15个稀土元素含量的测定 混合酸分解—电感耦合等离子体质谱法》。

本标准方法是其中之一:稀土矿石化学分析方法 第3部分:锂、铍、铈、锰、钴、镍、铜、锌、镓、铷、铈、钼、铟、铯、钽、钨、铪、铅、铋、钍、铀及15个稀土元素含量的测定 混合酸分解—电感耦合等离子体质谱法。

根据工作部署,2016年3月完成了方法试验研究工作(包括样品分解方法的确定,质谱干扰及干扰扣除,干扰扣除对测定结果不确定度的影响,稀土元素的线性实验,介质对质谱测定的影响,分析方法测定参数等),并请地质专家协助进行了方法精密度协作试验稀土矿石样品的筛选工作,编制了标准方法草案。

1.2.2 起草阶段

2016年6月在北京召开了“稀土矿石标准方法协作试验工作会议”组织实施13家有相关测试经验的实验室参加方法精密度试验和正确度试验(在数据统计之时,收回12家实验室数据),标准编制人就方法草案技术细节作报告进行了解读,发放了协作试验样品,并组织协作单位的专家进行了研讨。

2017年5月至7月对12家实验室提交的实验数据进行统计分析,对部分离群数据进行复检,确定分析方法重复性限与再现性限,于2017年8月完成了标准方法文本和标准编制说明征求意见稿。

1.2.3 征求意见阶段

2018 年 5 月，向地质矿产实验测试分技术委员会委员及相关实验室，发送《稀土矿石化学分析方法 第 3 部分：锂、铍、钪、锰、钴、镍、铜、锌、镓、铷、铯、钼、铟、铪、钽、钨、铊、铅、铋、钍、钷、铀及 15 个稀土元素含量的测定 混合酸分解—电感耦合等离子体质谱法》征求意见稿及编制说明，广泛征求意见。

2018年7月~2019年9月,根据专家的意见,对征求意见稿进行了修改完善。

2019年10月9日,组织专家在北京铁道大厦召开现场技术研讨会,对本标准方法的征求意见稿进行了研讨。

2019 年 10 月至 2022 年 8 月，对照收集的各条意见建议，对标准征求意见稿及编制说明进行修改完善，形成了标准送审稿及相关送审材料，提交至全国自然资源标准化技术委员会勘查技术与实验测试分技术委员会，准备审查。

1.2.4 审查阶段

2022 年 8 月 25-26 日，全国自然资源与国土空间规划标准化技术委员会勘查技术与实验测试分技术委员会组织实验测试技术专家组在北京召开标准审查会，对本标准送审稿进行审查。与会专家一致同意修改完善后，作为行业标准上报。

根据专家的意见,起草组对相关内容进一步验证,对文本进行了修改。2022年9月完成归口技术委员会的全体委员投票,修改形成报批稿。

1.2.5 报批阶段

2022 年 9 月，完成标准报批。

1.3 参加方法精密度协作试验的单位

参加方法精密度协作试验的有 12 家单位（见表 1），代表着地质行业的实验室的平均测试水平：

表 1 方法精密度协作试验实验室

代码	单位名称
1	山东省地质科学研究所
2	湖南省地质测试研究院
3	国家地质实验测试中心
4	河北省地质实验测试中心
5	中国地质调查局沈阳地质调查中心
6	中国地质调查局成都地质调查中心
7	安徽省地质实验研究所
8	黑龙江省地质矿产实验测试研究中心
9	中国地质科学院地球物理地球化学勘查研究所
10	中国地质调查局南京地质调查中心
11	中国地质调查局西安地质调查中心
12	浙江省地质矿产研究所

1.4 主要编制人员

主要编制人员情况，见表 2。

表 2 主要编制人员情况

序号	姓名	学历	专业	职称	专业工作年限	对制定标准的具体贡献
1	刘贵磊	博士	分析化学	副研究员	8	参与方法试验和方法验证工作，标准文本及编制说明编写以及修改。
2	朱 云	博士	环境矿物学	副研究员	9	参与方法条件实验。
3	芦 菁	本科	应用化学	工程师	9	参与方法条件实验。
4	王蕾	本科	分析化学	高工	20	参与方法试验。
5	马生凤	硕士	分析化学	教授级高工	17	参与方法试验和方法验证工作。
6	张 欣	硕士	地球化学	工程师	11	参与方法试验和方法验证工作。
7	许俊玉	本科	分析化学	教授级高工	40	项目负责人，制定项目设计书，指导方法试验。
8	温宏利	本科	分析化学	教授级高工	40	制定工作内容设计书，指导方法试验、组织方法精密度协作试验与数据统计分析。
9	安子怡	硕士	分析化学	副研究员	11	指导方法试验、组织方法精密度协作试验。
10	屈文俊	博士	地球化学	研究员	32	指导方法试验、组织方法精密度协作试验。

第二章 标准编制原则和确定标准主要内容的依据

2.1 标准编制的主要原则

研制的标准方法技术成熟可靠，有广泛的应用基础；分析技术先进，分析方法简单，易于掌握，能够提高分析测试水平，有助于先进技术方法的推广应用；考虑多元素同时测定，提高工作效率并尽量降低使用成本。

2.2 确定标准主要内容依据

标准方法的整体结构和内容编写方法国家标准有统一的要求和规定，我国各级标准按照我国最新发布的国家标准：标准化工作导则、指南和编写规则的规定进行编写。尤其应遵循《GB/T 1.1-2020 标准化工作导则第1部分：标准的结构和编写规则》的规定编写。方法标准还要参照《GB/T 20001.4-2015 标准编写规则第4部分：试验方法标准》、《GB/T 14505-2010 岩石和矿石化学分析方法通则及一般规定》等国家标准进行编写，尽量做到编写的标准合乎规范。

本方法的主要实验参数是通过相关的条件试验来确定的。

本标准的主要技术指标包括方法检出限、测定范围（方法定量限～方法测定上限）、精密度、正确度等。

1、方法检出限应该是指特定分析方法中，分析物能够被识别和检测的最低浓度。目前方法检出限一般采用采用10个全流程试剂空白，按照方法中规定的仪器条件，将仪器调整到最佳状态，连续测定值的3倍标准偏差所相当的分析物浓度。

2、方法定量限（测定范围下限）指特定分析方法中，分析物能够被识别、检测并报出数据的最低浓度，也就是说其置信度要比方法检出限更高，就是测定范围的下限。目前采用10个实验室全流程试剂空白，连续测定值的10倍标准偏差所相当的分析物浓度，作为定量分析下限的估计值。

3、方法测定范围上限一般是通过用相当于样品溶液中分析物浓度范围的标准溶液，按照方法中规定的实验条件，测定方法的光谱强度—浓度校准曲线，测定该实验条件下被测物质符合Beer定律的浓度范围，通过线性回归方程拟合度检验，本方法线性范围的评价参数为曲线的相关系数 $R^2 \geq 0.999$ 。测定上限的浓度是根据常规稀土矿石样品次、痕量元素的测定范围，根据校准曲线线性范围上

限乘以稀释倍数 2000 并参照稀土矿石标准物质常规含量确定的。4、精密度和正确度是通过按照 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》的要求，邀请了 10 个实验室参加方法准确度协作试验，将 5 个精密度协作试验样品发放到 10 家实验室，要求对所接受的精密度试验样品所测试的元素提供 4 个独立分析数据，然后根据 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》来对数据统计计算，计算出各元素重复性标准差 S_r 和重复性限 r 、再现性标准差 S_R 和再现性限 R 、以及它们和含量水平 m 之间的函数关系式。正确度是依据《测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第 4 部分：确定标准测量方法正确度的基本方法》计算出测量方法的偏倚 δ 。

第三章 标准方法主要条件实验研究

3.1 样品分解方法的研究

本分析方法是借鉴盐酸+硝酸+氢氟酸和高氯酸（或硫酸）分解化探样品的方法，经过实验对分析方法进行了改进，使之适用稀土矿石样品的分解工作。

3.1.1 硫酸加入对稀土矿石样品分解的影响

分别使用盐酸+硝酸+氢氟酸和高氯酸分解两组稀土矿石物质 GBW07160、GBW07161、GBW07187 和 GBW07188，一组加入（1+1）硫酸 1mL，而另一组未加进行对比实验，考察酸溶中硫酸对稀土矿石分解的影响。

实验数据（ICP-MS 测定）见表 3。数据表明：加入硫酸的稀土元素的测定结果高，并与标准物质推荐值吻合，而有些未加入硫酸的稀土元素测定结果明显偏低，因此样品分解时需要加入一定量的硫酸。

表 3 加入硫酸和不加硫酸对比数据表

GBW07160 检测结果				μg/g
检测编号	加硫酸	未加硫酸	推荐值	s
La	92.2	68	93.8	8.5
Ce	25.8	18.3	28.3	4.1
Pr	37.2	28.5	<u>37</u>	
Nd	189	148	189	17
Sm	126	101	129	17
Eu	1.13	0.97	1.6	0.3
Gd	251	209	<u>234</u>	
Tb	50.7	43.3	49.1	5.1
Dy	326	282	314	44
Ho	72.5	63.4	65.5	5.4
Er	217	191	192	26
Tm	29.5	27	27.7	3.1
Yb	199	181	193	26
Lu	28.3	25.8	26.7	2.6
GBW07161 检测结果				μg/g
检测编号	加硫酸	未加硫酸	推荐值	s

La	2350	2160	2362	145
Ce	185	169	187	8
Pr	478	457	446	25
Nd	1646	1590	1595	86
Sm	284	273	285	26
Eu	63.49	61.4	64.8	3.6
Gd	231	221	226	26
Tb	34.1	32.9	34.6	2.2
Dy	187	179	183	17
Ho	37.9	36.3	35.7	4
Er	107	103	96	9
Tm	13.8	13.2	13.2	1.1
Yb	93.2	89.3	87.8	11
Lu	12.9	12.3	11.9	0.9
GBW07187 检测结果				µg/g
检测编号	加硫酸	未加硫酸	推荐值	s
La	2054	1939	2132	85
Ce	422	402	431	33
Pr	714	701	737	33
Nd	1960	1897	2060	86
Sm	562	553	569	52
Eu	6.93	6.67	8.3	0
Gd	786	768	790	17
Tb	162	157	162	9
Dy	992	962	1046	87
Ho	213	206	201	
Er	593	572	595	17
Tm	74.3	71.3	72.6	7.3
Yb	453	441	450	26
Lu	59.3	57.8	56.7	4.4
GBW07188 检测结果				µg/g
检测编号	加硫酸	未加硫酸	推荐值	s
La	1900	1670	2000	170

Ce	424	376	430	33
Pr	735	687	730	33
Nd	3265	3059	3400	90
Sm	1626	1530	1700	90
Eu	17.5	16.2	18	1.5
Gd	2213	2103	2200	90
Tb	479	459	470	34
Dy	2804	2600	3200	270
Ho	586	572	<u>560</u>	
Er	1695	1661	1700	90
Tm	245	243	270	90
Yb	1748	1719	1800	180
Lu	229	226	260	18

3.1.2 高氯酸加入对稀土矿石样品分解的影响

分别使用盐酸+硝酸+氢氟酸和硫酸分解两组稀土矿石物质 GBW07160、GBW07161、GBW07187 和 GBW07188，一组加入高氯酸 1mL，而另一组未加进行对比实验，考察酸溶中高氯酸对稀土矿石分解的影响。

实验数据（ICP-MS 测定）见表 4。数据表明：加不加高氯酸对稀土矿石的测定结果无明显的影响，测定结果与标准物质的推荐值吻合的很好；但在样品含有机质比较多时，未加高氯酸制备的样品溶液中会含有比较多的碳，所以本方法确定采用盐酸+硝酸+氢氟酸+高氯酸和硫酸分解稀土矿石样品。

表 4 加入高氯酸和不加高氯酸对比数据表

GBW07160 检测结果				μg/g
检测元素	加高氯酸	未加高氯酸	推荐值	s
Sc	6.82	6.73	5.80	5.67~6.98
Y	2566	2549	2386	205
La	103	104	94	9
Ce	30.3	31.5	28.3	4.1
Pr	44.0	37.1	<u>37.2</u>	
Nd	219	180	189	17
Sm	128	127	129	17
Eu	1.8	1.4	1.55	0.26

Gd	254	250	<u>234</u>	
Tb	52.8	53.6	49.1	5.1
Dy	378	379	314	44
Ho	71.1	71.5	65.5	5.4
Er	219	219	192	26
Tm	30.9	31.1	27.7	3.0
Yb	194	198	193	26
Lu	28.8	28.2	26.7	2.6
GBW07161 检测结果 µg/g				
检测元素	加高氯酸	未加高氯酸	推荐值	s
Sc	8.79	8.75	7.7	0.6
Y	978	1041	976	47
La	2353	2199	2361	145
Ce	187	175	187	8
Pr	486	447	450	25
Nd	1652	1558	1595	86
Sm	319	293	284	26
Eu	68.7	65.1	64.8	3.6
Gd	284	271	226	26
Tb	39.7	38.6	34.6	2.2
Dy	198	186	183	17
Ho	37.4	36.0	35.7	4.0
Er	115	109	96.2	8.7
Tm	14.4	13.8	13.2	1.1
Yb	91.8	89.1	87.8	10.5
Lu	14.0	13.8	12.0	0.9
GBW07187 检测结果 µg/g				
检测元素	加高氯酸	未加高氯酸	推荐值	s
Sc	7.10	7.26	6.6	0.5
Y	6544	6729	6300	310
La	2159	2211	2130	90
Ce	166	166	170	16
Pr	495	500	550	40.0
Nd	1866	1861	2060	86

Sm	595	597	570	50
Eu	7.54	7.53	8.0	0.6
Gd	908	922	790	20
Tb	178	178	160.0	9.0
Dy	1052	1055	1050	90
Ho	215	215	<u>200</u>	
Er	581	592	590	17
Tm	75.8	70.5	72.0	7.2
Yb	474	471	450	26
Lu	62.3	62.3	57.0	4.4
GBW07188 检测结果 µg/g				
检测元素	加高氯酸	未加高氯酸	推荐值	s
Sc	5.69	5.42	4.7	1.0
Y	17210	17370	17000	790
La	1959	1921	2000	170
Ce	414	396	430	33
Pr	742	730	730	33
Nd	3273	3218	3400	90
Sm	1790	1746	1700	90
Eu	19.4	19.0	18.0	1.5
Gd	2211	2234	2200	90
Tb	509	513	470	34
Dy	3300	3272	3200	270
Ho	647	629	<u>560</u>	
Er	1746	1772	1700	90
Tm	289	285	270	9
Yb	1783	1793	1800	180
Lu	300	295	260	18

3.1.3 硫酸加入量

采用标准物质 GBW07159 为实验样品，在样品分解时分别加入（1+1）硫酸 1.00mL、0.75mL、0.50mL、0.25mL，进行对比实验，实验数据（ICP-AES 测定）见表 5。数据表明：当硫酸加入量为 0.25mL 时，Al、Fe、Ca、Mg、Mn 的结果明显偏低，而当硫酸加入量大于 0.5mL 以上时，结果基本一致。

表 5 硫酸加入量对比数据表

单位: $\mu\text{g/g}$

硫酸加入量 (mL)	Al	Fe	Ca	Mg	K	Na	Ti	Mn
0.25	53940	6270	77.3	372	44580	1346	115	103
0.50	79310	8166	89.7	472	41960	1265	105	130
0.75	78370	8039	90.2	453	41500	1232	103	129
1.00	77330	8000	90.4	453	41170	1242	104	127
推荐值	77800	8040	186	464	41300	1170	132	132
s	320	350		60	1000	104	12	77

3.1.4 盐酸提取实验

用标准物质 GBW07160、GBW07161、GBW07187 和 GBW07188 为实验样品,在样品分解过程中,分别采用浓盐酸和 (1+1) 盐酸进行复溶对比实验,实验数据 (ICP-MS 测定) 见表 6,浓盐酸复溶结果明显偏低,而 (1+1) 盐酸复溶结果基本与标准物质推荐值吻合。

表 6 浓盐酸和 (1+1) 盐酸提取实验数据对比表

GBW07160 检测结果				$\mu\text{g/g}$
检测原始	浓盐酸	(1+1) 盐酸	推荐值	s
Y	1175	2350	2386	205
La	36.6	92.2	93.8	8.5
Ce	12.4	25.8	28.3	4.1
Pr	17.1	37.2	37	
Nd	94.3	189	189	17
Sm	68	126	129	17
Eu	0.68	1.13	1.6	0.3
Gd	141	251	234	
Tb	30	50.7	49.1	5.1
Dy	210	326	314	44
Ho	45.4	72.5	65.5	5.4
Er	140	217	192	26
Tm	19.7	29.5	27.7	3.1
Yb	126	199	193	26
Lu	18.9	28.3	26.7	2.6
GBW07161 检测结果				$\mu\text{g/g}$
检测原始	浓盐酸	(1+1) 盐酸	推荐值	s
Y	566	924	976	47
La	898	2350	2362	145
Ce	106	185	187	8

Pr	262	478	446	25
Nd	976	1646	1595	86
Sm	183	284	285	26
Eu	45.6	63.5	64.8	3.6
Gd	164	231	226	26
Tb	24.1	34.1	34.6	2.2
Dy	147	187	183	17
Ho	29.3	37.9	35.7	4
Er	83.9	107	96	9
Tm	11.5	13.8	13.2	1.1
Yb	75	93.2	87.8	11
Lu	11	12.9	11.9	0.9
GBW07187 检测结果 µg/g				
检测原始	浓盐酸	(1+1) 盐酸	推荐值	s
Y	4171	6322	6300	315
La	895	2054	2132	85
Ce	111	172	431	33
Pr	289	514	737	33
Nd	1301	1960	2060	86
Sm	402	562	569	52
Eu	5.39	6.93	8.3	0.9
Gd	617	786	790	17
Tb	123	162	162	9
Dy	829	992	1046	87
Ho	173	213	201	
Er	494	593	595	17
Tm	63.4	74.3	72.6	7.3
Yb	367	453	450	26
Lu	50.5	59.3	56.7	4.4
GBW07188 检测结果 µg/g				
检测原始	浓盐酸	(1+1) 盐酸	推荐值	s
Y	10350	17023	17500	790
La	798	1900	2000	170
Ce	255	424	430	33
Pr	327	735	730	33
Nd	2072	3265	3400	90
Sm	1110	1626	1700	90
Eu	13.2	17.5	18	1.5
Gd	1635	2213	2200	90
Tb	319	479	470	34
Dy	1710	2804	3200	270

Ho	328	586	<u>560</u>	
Er	977	1695	1700	90
Tm	180	245	270	90
Yb	1319	1748	1800	180
Lu	182	229	260	18

3.2 质谱干扰及干扰扣除

质谱分析方法的特点是：谱线简单、干扰相对比较小，但还是存在着氧化物干扰、复合粒子干扰、同质异位素干扰和二次离子等干扰，特别是轻稀土含量很高，而重稀土含量很低的样品（白云鄂博稀土矿），其轻稀土对重稀土的氧化物干扰是非常严重的，以至于（如 Gd、Tb）无法准确测定。应用质谱测定稀土矿石中常见的干扰元素和被干扰元素见列表 7。

表 7 常见干扰元素和被干扰元素

干扰元素	干扰元素丰度	被干扰元素	被测元素丰度	干扰的离子
^{137}Ba	11.232	^{153}Eu	24.84	$^{137}\text{Ba}^{16}\text{O}^+$
^{142}Ce	11.114	^{158}Gd	24.84	$^{142}\text{Ce}^{16}\text{O}^+$
^{141}Pr	100	^{158}Gd	24.84	$^{141}\text{Pr}^{16}\text{OH}^+$
^{142}Nd	27.2	^{158}Gd	24.84	$^{142}\text{Nd}^{16}\text{O}^+$
^{143}Nd	12.2	^{159}Tb	100	$^{143}\text{Nd}^{16}\text{O}^+$
^{148}Nd	5.7	^{164}Dy	28.18	$^{148}\text{Nd}^{16}\text{O}^+$
^{148}Sm	11.24	^{164}Dy	28.18	$^{148}\text{Sm}^{16}\text{O}^+$
^{149}Sm	13.82	^{165}Ho	100	$^{149}\text{Sm}^{16}\text{O}^+$
^{150}Nd	5.6	^{166}Er	33.61	$^{150}\text{Nd}^{16}\text{O}^+$
^{150}Sm	7.8	^{166}Er	33.61	$^{150}\text{Sm}^{16}\text{O}^+$
^{142}Ce	11.114	^{71}Ga	39.892	$^{142}\text{Ce}^{2+}$
^{142}Nd	27.2	^{71}Ga	39.892	$^{142}\text{Nd}^{2+}$
^{148}Nd	5.7	^{74}Ge	36.28	$^{148}\text{Nd}^{2+}$
^{148}Sm	11.24	^{74}Ge	36.28	$^{148}\text{Sm}^{2+}$

用 Ce 的溶液为调试液（测定 ^{142}Ce 和 $^{142}\text{Ce}^{16}\text{O}^+$ 的计数，计算仪器氧化物产率），调整仪器的氧化物产率从 1.4%~2.6%，然后用 1000ng/mL 单元素标准实测各氧化物干扰系数的变化情况，详见表 8。

表 8 实测各氧化物干扰系数随氧化物产率的变化情况

仪器调试的氧化物产率 %	1.40	1.90	2.30	2.50	2.60
--------------	------	------	------	------	------

干扰元素	被干扰元素	干扰系数	干扰系数	干扰系数	干扰系数	干扰系数
Ba	Eu ¹⁵³	0.313×10^{-3}	0.354×10^{-3}	0.394×10^{-3}	0.514×10^{-3}	0.346×10^{-3}
Ce	Gd ¹⁵⁸	8.496×10^{-3}	10.799×10^{-3}	10.157×10^{-3}	16.33×10^{-3}	17.802×10^{-3}
Zr	Ag ¹⁰⁹	1.748×10^{-3}	1.637×10^{-3}	1.695×10^{-3}	1.681×10^{-3}	1.431×10^{-3}
Nd	Gd ¹⁵⁸	21.691×10^{-3}	23.006×10^{-3}	23.161×10^{-3}	29.786×10^{-3}	30.092×10^{-3}
Nd	Tb ¹⁵⁹	2.48×10^{-3}	2.557×10^{-3}	2.64×10^{-3}	3.291×10^{-3}	3.182×10^{-3}
Nd	Dy ¹⁶⁴	4.035×10^{-3}	4.304×10^{-3}	4.471×10^{-3}	5.429×10^{-3}	5.364×10^{-3}
Nd	Er ¹⁶⁶	3.871×10^{-3}	4.079×10^{-3}	4.093×10^{-3}	5.032×10^{-3}	4.942×10^{-3}
Sm	Dy ¹⁶⁴	0.939×10^{-3}	1.229×10^{-3}	1.166×10^{-3}	1.819×10^{-3}	1.774×10^{-3}

用 Ce 的溶液为调试液（测定 ^{142}Ce 和 $^{142}\text{Ce}^{++}$ 的计数，计算仪器二次离子产率），调整仪器的二次离子产率从 1.8%~3.0%，然后用 1000ng/mL 单元素标准实测各二次离子干扰系数的变化情况，详见表 9。

表 9 实测各二次离子干扰系数随二次离子产率的变化情况

仪器调试的二次离子产率%		1.8	2.0	2.1	2.2	2.4	3.0
干扰元素	被干扰元素	干扰系数	干扰系数	干扰系数	干扰系数	干扰系数	干扰元素
Ce	Ga ⁷¹	4.182×10^{-3}	3.658×10^{-3}	3.923×10^{-3}	4.630×10^{-3}	4.84×10^{-3}	10.284×10^{-3}
Nd	Ga ⁷¹	6.493×10^{-3}	6.980×10^{-3}	5.942×10^{-3}	6.617×10^{-3}	5.903×10^{-3}	10.77×10^{-3}
Nd	Ge ⁷⁴	2.389×10^{-3}	2.446×10^{-3}	2.104×10^{-3}	2.646×10^{-3}	2.399×10^{-3}	4.534×10^{-3}
Sm	Ge ⁷⁴	3.696×10^{-3}	3.065×10^{-3}	3.230×10^{-3}	3.904×10^{-3}	3.159×10^{-3}	5.157×10^{-3}

由表 8 和表 9 数据可以看出，由稀土产生的干扰还是比较多的，有些干扰也是比较严重的，如 Ce、Nd 对 Gd 的干扰，在数据处理时需要扣除干扰。一般样品需要扣除 Ba 对 Eu 的干扰，扣除 Ce、Nd 对 Gd 的干扰，扣除 Nd 对 Tb 的干扰，其余的干扰量非常小，不需要进行扣除校正。但对于白云鄂博的稀土矿石样品，其轻稀土含量非常高（La、Ce、Pr、Nd 可达到百分含量），而 Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Ga 和 Ge 等元素含量非常低，其干扰也需要扣除；当干扰特别严重时，上述元素无法直接测定，需要分离干扰之后才能测定。

一般在测定稀土矿石的分析过程中，仪器调试时尽可能降低氧化物产率，以降低氧化物对被测元素干扰的影响，保证被测元素测定结果的准确度。

3.3 干扰扣除对测定结果的不确定度的影响

如何判定扣除干扰后的测定结果的准确性是非常重要的问题,探讨这个问题首先解析扣除干扰后的测定结果表示公式:

$$\omega_{\text{结果}} = \omega_{\text{测定}} - \omega_{\text{C}} \cdot k = \omega_{\text{A}} + \omega_{\text{B}} - \omega_{\text{C}} \cdot k$$

注: $\omega_{\text{结果}}$ — 被测元素的测定结果; $\omega_{\text{测定}}$ — 被测元素的测定值,其包含 ω_{A} — 被测元素的贡献量和 ω_{B} — 干扰元素对被测元素的贡献量; ω_{C} — 干扰元素测定量; k — 干扰系数

则扣除干扰后测定结果的不确定度用公式表示为:

$$S^2 = S_{\text{A}}^2 + S_{\text{B}}^2 + S_{\text{C}}^2$$

注: S — 被测元素在扣除干扰后测定结果的不确定度; S_{A} — 被测元素贡献量的不确定度; S_{B} — 干扰元素对被测元素贡献量的不确定度; S_{C} — 干扰元素测定量的不确定度

由于只有测定值 $\omega_{\text{测定}}$ 和 ω_{C} , 而并不知道 ω_{A} 和 ω_{B} 值, 所以假设测定中各量的相对不确定度相当, 则有 $S_{\text{B}} \approx S_{\text{C}}$, 并且干扰系数求得准确:

当 $\omega_{\text{A}}=6\omega_{\text{B}}$ 时, 即被测元素贡献量是干扰贡献量的 6 倍以上, 则 $S_{\text{A}}^2 + S_{\text{B}}^2 + S_{\text{C}}^2=1.055 S_{\text{A}}^2$, 测定结果的合成不确定度 $S=1.027S_{\text{A}}$, 即表示干扰及扣除后测定结果准确度增加了 2.7%。

当 $\omega_{\text{A}}=5\omega_{\text{B}}$ 时, 即被测元素贡献量是干扰贡献量的 5 倍以上, 则 $S_{\text{A}}^2 + S_{\text{B}}^2 + S_{\text{C}}^2=1.08 S_{\text{A}}^2$, 测定结果的合成不确定度 $S=1.039S_{\text{A}}$, 即表示干扰及扣除后测定结果准确度增加了 3.9%。

当 $\omega_{\text{A}}=4\omega_{\text{B}}$ 时, 即被测元素贡献量是干扰贡献量的 4 倍, 则 $S_{\text{A}}^2 + S_{\text{B}}^2 + S_{\text{C}}^2=1.125 S_{\text{A}}^2$, 合成不确定度 $S=1.061S_{\text{A}}$, 则表示扣除干扰后对测定结果不确定度增加了 6.1%。

当 $\omega_{\text{A}}=3\omega_{\text{B}}$ 时, 即被测元素贡献量是干扰贡献量的 3 倍, 则 $S_{\text{A}}^2 + S_{\text{B}}^2 + S_{\text{C}}^2=1.222 S_{\text{A}}^2$, 合成不确定度 $S=1.106S_{\text{A}}$, 则表示扣除干扰后对测定结果不确定度增加了 10.6%。

当 $\omega_{\text{A}}=2\omega_{\text{B}}$ 时, 即被测元素贡献量是干扰贡献量的 2 倍, 则 $S_{\text{A}}^2 + S_{\text{B}}^2 + S_{\text{C}}^2=1.5 S_{\text{A}}^2$, 合成不确定度 $S=1.225S_{\text{A}}$, 则表示扣除干扰后对测定结果不确定度

增加了 22.5%。

当 $\omega_A = \omega_B$ 时，即被测元素贡献量是干扰贡献量的相当，则 $S_A^2 + S_B^2 + S_C^2 = 3S_A^2$ ，合成不确定度 $S = 1.732S_A$ ，则表示扣除干扰后对测定结果不确定度增加了 73.2%。

表 10 干扰扣除后对合成不确定度的影响量

扣除量/元素贡献量	1/10	1/9	1/8	1/7	1/6	1/5	1/4	1/3	1/2	1/1
S_A 的增加量 (%)	1.00	1.23	1.55	2.02	2.7	3.9	6.1	10.6	22.5	73.2

从表 10 的计算数据可以得出以下结论：

当被测元素贡献量是干扰量的 3 倍以上时，即扣除测定值的四分之一量以下时，最终结果的合成不确定度有可能增加了 10%，结果是可以接受的；

当被测元素贡献量是干扰量的 2 倍时，即扣除测定值的三分之一量时，最终结果的合成不确定度有可能增加了 22.5%，结果需谨慎的对待；

当被测元素贡献量和干扰量相当时，即扣除测定值的二分之一量时，最终结果的合成不确定度将增加了 73.2%，结果已不能接受。

3.4 稀土元素的线性实验

选择浓度为 0.01、0.1、1、10、100、1000、10000ng/mL 的稀土元素的系列标准溶液为横坐标，各稀土元素的强度计数与内标元素的强度计数比值为纵坐标，做 ICP-MS 的线性实验，各元素的线性见图 1 和图 2，具体的强度计数比值见表 11。从相关系数和强度比数据可以看出，在 0.01ng/mL~10000ng/mL 浓度范围内，绝大部分元素是线性的，但 Gd 和 Tb 在 10000ng/mL 时已经弯曲，并且各元素在 10000ng/mL 时强度计数 (cps) 可达 $X \cdot 10^7 \sim X \cdot 10^8$ ，所以确定 ICP-MS 测定稀土的上限浓度为 5000ng/mL。

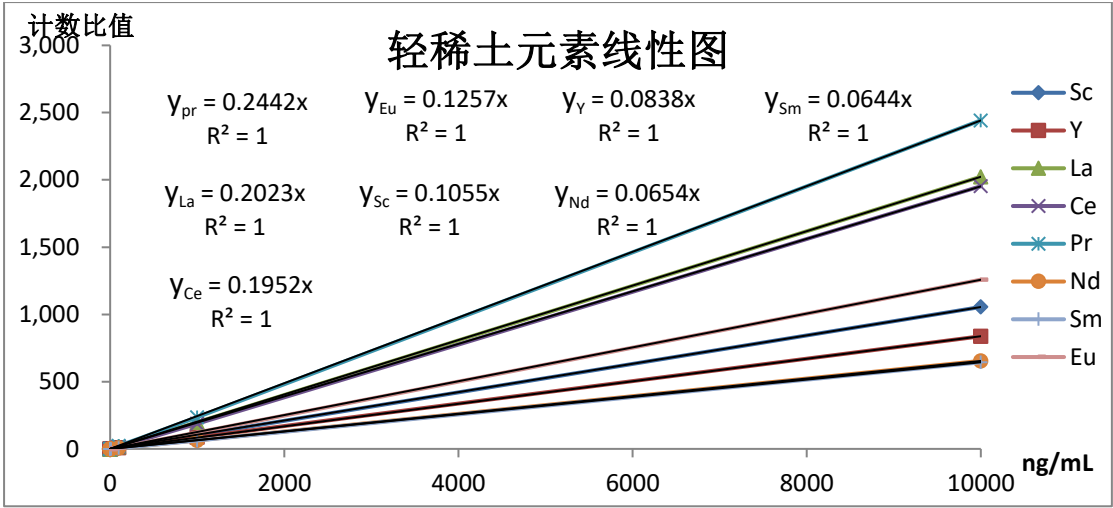


图 1 轻稀土线性图

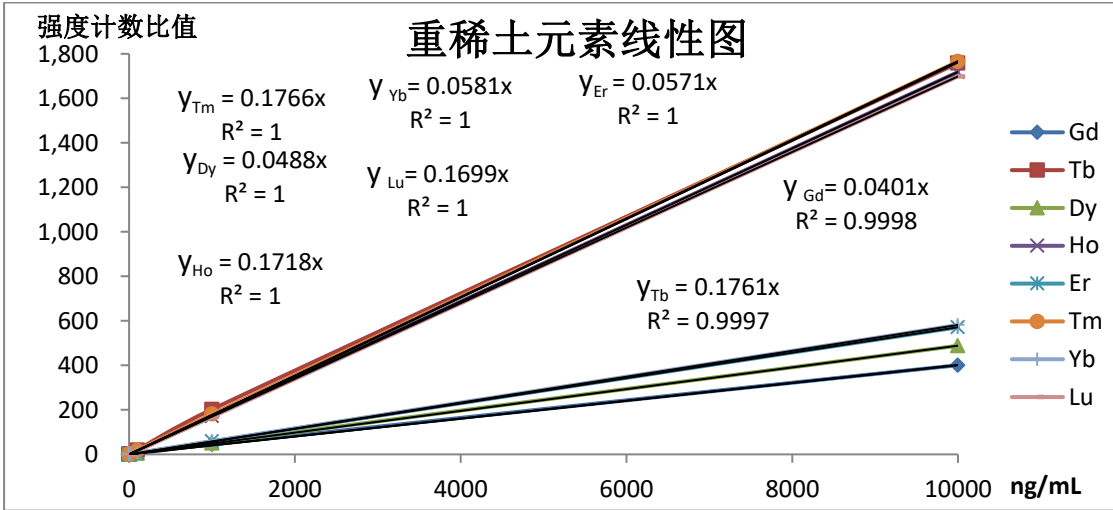


图 2 重稀土线性图

表 11 各稀土元素强度计数与内标元素强度计数比值

浓度 (ng/mL)	Sc	Y	La	Ce	Pr	Nd	Sm	Eu
0.01	0.0010	0.00085	0.0022	0.0038	0.0028	0.0008	0.0007	0.0010
0.1	0.011	0.009	0.020	0.020	0.022	0.0058	0.0054	0.012
1	0.099	0.083	0.183	0.173	0.218	0.062	0.057	0.107
10	1.04	0.87	1.82	1.73	2.18	0.59	0.55	1.08
100	10.5	9.13	18.3	16.8	23.6	5.67	5.46	10.6
1000	102.9	86.4	197.9	187.4	235.9	63.7	62.2	121.7
10000	1055	837	2024	1953	2442	654	644	1258
浓度 (ng/mL)	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu
0.01	0.00050	0.00227	0.00044	0.00181	0.00081	0.00190	0.00069	0.00217
0.1	0.00496	0.01862	0.00569	0.01732	0.00595	0.01776	0.00600	0.01638

1	0.045	0.191	0.053	0.179	0.060	0.175	0.057	0.167
10	0.450	1.930	0.520	1.762	0.590	1.796	0.581	1.682
100	4.40	19.97	5.05	17.13	5.80	18.49	5.74	16.25
1000	45.0	202.4	50.8	171.5	59.0	181.2	58.4	168
10000	401	1759	488	1718	571	1766	581	1699

3.5 介质对质谱测定的影响

实验分别采用硝酸、盐酸不同介质的校准标准溶液和内标溶液,使用 ICP-MS 进行测定,考查介质对各元素测定强度的影响,具体数据见表 12、表 13、表 14 和表 15。

表 12 测定不同介质校准溶液 2 的强度计数比较

校准溶液 2 中各元素强度计数的变化 (cps)								
介质情况	Li	Be	Cr	Mn	Co	Ni	Cu	Zn
标准、内标硝酸介质	163688	38832	335532	410089	317245	69482	141365	37378
标准盐酸介质, 内标硝酸介质	244392	62774	502781	365067	289765	63060	132028	49607
标准、内标盐酸介质	277165	71575	568588	359670	289712	63506	135546	57855
介质情况	Ga	Rb	Sr	Mo	Rh	Cd	In	Cs
标准、内标硝酸介质	141476	304967	412710	85745	341555	42961	561614	518328
标准盐酸介质, 内标硝酸介质	125499	290844	356526	79661	310561	54484	626113	603841
标准、内标盐酸介质	125146	271145	336695	75990	180167	56137	623767	597075
介质情况	Ba	Re	Tl	Pb	Bi	Th	U	
标准、内标硝酸介质	413543	190011	319613	225665	328153	331120	398195	
标准盐酸介质, 内标硝酸介质	493190	224561	320189	250806	420043	214130	414499	
标准、内标盐酸介质	488573	211895	298632	248017	442269	218592	410295	

表 13 测定不同介质校准溶液 3 的强度计数比较

校准溶液 3 中各元素强度计数的变化 (cps)					
介质情况	Ti	Zr	Nb	Rh	Sn
标准、内标硝酸介质	31012	230276	361563	338873	131518
标准、内标盐酸介质	37142	251309	418380	227831	164165
介质情况	Sb	Hf	Ta	W	Re
标准、内标硝酸介质	126692	205160	563353	140179	187796
标准、内标盐酸介质	160127	254295	713520	185348	230966

表 14 测定不同介质校准溶液 5 的强度计数比较

校准溶液 5 中各元素强度计数的变化 (cps)					
介质情况	Sc	Y	Rh	La	Ce
标准、内标硝酸介质	459637	466614	335335	561627	523463
标准、内标盐酸介质	588916	519100	233374	716898	681644
介质情况	Pr	Nd	Sm	Eu	Re
标准、内标硝酸介质	657388	185160	180488	351886	187191
标准、内标盐酸介质	820244	228056	226892	451327	228048

表 15 测定不同介质校准溶液 6 的强度计数比较

校准溶液 6 中各元素强度计数的变化 (cps)					
介质情况	Gd	Tb	Dy	Ho	Er
标准、内标硝酸介质	147429	626797	179001	621166	205891
标准、内标盐酸介质	194389	808776	230538	800527	263361
介质情况	Tm	Yb	Lu	Re	
标准、内标硝酸介质	632149	199311	591886	191163	
标准、内标盐酸介质	802477	255295	759940	233432	

从上述数据可以看出,在盐酸和硝酸介质中各元素的灵敏度是有明显的差异,大多数元素是盐酸介质的强度计数要高于硝酸介质的强度计数,但也有元素是硝酸介质强度计数高于盐酸介质的强度计数,如: Mn、Co、Ni、Ga、Sr、Mo,特别是内标元素 Rh 从硝酸介质的 30 多万的计数降到盐酸介质的不到 30 万的计数,变化非常大。所以 ICP-MS 测定时必须严格保证各溶液的介质的一致性。

3.6 实验室内验证数据

3.6.1 正确度验证

在本实验室使用本方法分解稀土矿石标准物质, ICP-MS 测定 GBW07158、GBW07159、GBW07160、GBW07161、GBW07187、GBW07188, 对该方法的正确度进行了验证, 大部分元素相对误差 (RE%) < 15%, 正确度良好。结果见表 16。

表 16 敞开酸溶稀土矿石标准物质检测结果 $\mu\text{g/g}$

检测编号	GBW07158			GBW07159		
	敞开酸溶	推荐值	RE%	敞开酸溶	推荐值	RE%
Li	24.2	18.7	-29.4	70.2	69.7	-0.72

检测编号	GBW07158			GBW07159		
	敞开酸溶	推荐值	RE%	敞开酸溶	推荐值	RE%
Be	2.31			2.83		
Sc	8.09	7.40	-9.3	6.30	6.20	-1.6
Mn	532			118		
Co	14.0			1.02		
Ni	52.8			<1.1		
Cu	20.9			0.50		
Zn	61.7			67.5		
Ga	25.2			33.2		
Rb	124	110	-12.7	708	630	-12.4
Y	141	<u>142</u>	0.70	472	449	-5.1
Nb	33.9			41.0		
Mo	0.65			0.34		
In	0.050			0.16		
Cs	5.99	5.3	-13.0	18.6	16.7	-11.4
La	224	264	15.2	16.2	17.1	5.3
Ce	68.1	75.0	9.2	16.6	17.7	6.2
Pr	40.9	40.7	-0.49	4.88	5.2	6.2
Nd	140	146	4.1	23.0	23.7	3.0
Sm	27.9	29.1	4.1	13.6	13.5	-0.74
Eu	7.21	7.00	-3.0	0.28	0.31	9.7
Gd	34.3	27.5	-24.7	33.7	28.1	-19.9
Tb	4.71	4.6	-2.4	7.38	7.0	-5.4
Dy	26.4	23.8	-10.9	55.5	49.1	-13.0
Ho	5.17	5.0	-3.4	12.3	10.5	-17.1
Er	14.7	<u>14</u>	-5.0	37.4	31.8	-17.6
Tm	2.05	2.1	2.4	5.66	5.0	-13.2
Yb	12.9	12.4	-4.0	36.0	32.1	-12.1
Lu	1.93	1.8	-7.2	5.69	4.8	-18.5
Ta	2.14			3.59		
W	1.43			3.40		
Tl	0.50			2.75		
Pb	29.1			144		
Bi	0.71			3.13		
Th	25.1	24.5	-2.4	40.5	40.5	0.00
U	5.80			8.79		

检测编号	GBW07160			GBW07161		
	敞开酸溶	推荐值	RE%	敞开酸溶	推荐值	RE%
Li	70.0	69	-1.4	23.2	18.5	-25.4
Be	2.89			2.30		
Sc	6.25	5.8	-7.8	8.01	7.7	-4.0

检测编号	GBW07160			GBW07161		
	敞开酸溶	推荐值	RE%	敞开酸溶	推荐值	RE%
Mn	117			515		
Co	1.01			14.0		
Ni	<1.1			52.7		
Cu	0.45			21.3		
Zn	68.9			61.7		
Ga	34.5			35.4		
Rb	695	613	-13.4	122	101	-20.8
Y	2492	2386	-4.4	998	976	-2.3
Nb	40.8			32.5		
Mo	0.35			0.55		
In	0.16			0.040		
Cs	19.4	16.8	-15.5	6.07	5.2	-16.7
La	84.8	94	9.8	2219	2361	6.0
Ce	25.6	28.3	9.5	165	187	11.8
Pr	36.1	<u>37.2</u>	3.0	433	450	3.8
Nd	184	189	2.6	1466	1595	8.1
Sm	125	129	3.1	276	284	2.8
Eu	1.24	1.55	20.0	67.1	64.8	-3.5
Gd	255	<u>234</u>	-9.0	295	226	-30.5
Tb	51.6	49.1	-5.1	38.7	34.6	-11.8
Dy	351	314	-11.8	204	183	-11.5
Ho	73.3	65.5	-11.9	38.2	35.7	-7.0
Er	215	192	-12.0	111	96.2	-15.4
Tm	31.9	27.7	-15.2	14.9	13.2	-12.9
Yb	195	193	-1.0	91.3	87.8	-4.0
Lu	30.1	26.7	-12.7	13.4	12	-11.7
Ta	3.73			2.25		
W	3.92			1.85		
Tl	2.82			0.55		
Pb	149			32.1		
Bi	3.05			0.73		
Th	39.8	39	-2.1	24.0	23.6	-1.7
U	8.45			5.70		

检测编号	GBW07187			GBW07188		
	敞开酸溶	推荐值	RE%	敞开酸溶	推荐值	RE%
Li	177	184	3.8	55.6	56.2	1.1
Be	14.8			4.41		
Sc	6.45	6.6	2.3	4.76	4.7	-1.3
Mn	791			394		
Co	0.71			1.47		

检测编号	GBW07187			GBW07188		
	敞开酸溶	推荐值	RE%	敞开酸溶	推荐值	RE%
Ni	<1.1			6.73		
Cu	16.1			4.36		
Zn	50.5			60.5		
Ga	54.0			52.1		
Rb	1147	1100	-4.3	393	404	2.7
Y	6593	6300	-4.7	17578	17000	-3.4
Nb	21.3			52.6		
Mo	1.05			1.15		
In	0.27			0.08		
Cs	147	140	-5.0	13.7	11.9	-15.1
La	1961	2130	7.9	1853	2000	7.4
Ce	166	170	2.4	414	430	3.7
Pr	495	550	10.0	742	730	-1.6
Nd	1866	2060	9.4	3273	3400	3.7
Sm	595	570	-4.4	1790	1700	-5.3
Eu	7.54	8	5.8	19.4	18	-7.8
Gd	908	790	-14.9	2549	2200	-15.9
Tb	178	160	-11.3	538	470	-14.5
Dy	1052	1050	-0.2	3300	3200	-3.1
Ho	215	<u>200</u>	-7.5	647	<u>560</u>	-15.5
Er	638	590	-8.1	1974	1700	-16.1
Tm	75.8	72	-5.3	289	270	-7.0
Yb	474	450	-5.3	2008	1800	-11.6
Lu	62.3	57	-9.3	300	260	-15.4
Ta	8.70			4.14		
W	16.6			13.0		
Tl	4.76			1.76		
Pb	113			208		
Bi	14.6			1.27		
Th	23.3	21	-11.0	62.2	67	7.2
U	10.0			10.1		

3.6.2 精密度验证

本实验室使用本方法分别独立分解 12 份稀土矿石国家一级标准物质 GBW07160、GBW07187, ICP-MS 测定, 对该方法的精密度进行了验证, 大部分元素相对标准偏差 (RSD%) < 5%, 精密度良好。检测结果见表 17。

表 17 敞开酸溶稀土矿石标准物质的精密度检测结果

GBW07160 精密度结果				单位: µg/g	
元素	平均值	sd	RSD%	推荐值	s
Li	66.6	1.53	2.29	69.0	7.0
Be	2.66	0.11	4.27		
Sc	6.09	0.15	2.44	5.80	5.67~6.98
Mn	123	2.95	2.39		
Co	0.97	0.03	3.56		
Ni	<1.1				
Cu	0.52	0.05	8.90		
Zn	76.0	3.76	4.95		
Ga	32.5	0.77	2.35		
Rb	685	16.40	2.39	613	37
Y	2588	44.93	1.74	2386	205
Nb	38.6	0.49	1.27		
Mo	0.47	0.07	16.06		
In	0.17	0.01	5.16		
Cs	18.7	0.34	1.85	16.8	2.0
La	86.1	1.68	1.96	94	9
Ce	26.7	1.52	5.71	28.3	4.1
Pr	37.1	0.49	1.33	<u>37.2</u>	
Nd	188	2.75	1.46	189	17
Sm	128	1.85	1.44	129	17
Eu	1.26	0.02	1.76	1.55	0.26
Gd	260	4.22	1.62	<u>234</u>	
Tb	52.4	0.78	1.49	49.1	5.1
Dy	358	5.25	1.47	314	44
Ho	75.7	0.88	1.16	65.5	5.4
Er	220	3.16	1.44	192	26
Tm	32.9	0.50	1.52	27.7	3.0
Yb	199	3.75	1.88	193	26
Lu	30.5	0.44	1.45	26.7	2.6
Ta	3.53	0.20	5.72		
W	3.72	0.36	9.58		
Tl	2.79	0.13	4.80		
Pb	152	2.03	1.33		
Bi	2.80	0.08	3.00		
Th	41.6	3.36	8.08	39.0	2.6
U	8.34	0.14	1.72		

GBW07187 精密度结果				单位: µg/g	
元素	平均值	sd	RSD%	推荐值	s
Li	175	4.50	2.57	184.0	3.3

GBW07187 精密度结果				单位: µg/g	
元素	平均值	sd	RSD%	推荐值	s
Be	14.7	0.39	2.68		
Sc	6.59	0.15	2.23	6.6	0.5
Mn	790	18.06	2.29		
Co	0.66	0.03	4.25		
Ni	<1.1				
Cu	16.3	1.09	6.66		
Zn	57.7	2.72	4.72		
Ga	53.7	1.32	2.46		
Rb	1120	21.49	1.92	1100	91
Y	6697	99.13	1.48	6300	310
Nb	20.1	0.87	4.34		
Mo	1.30	0.21	16.11		
In	0.27	0.01	5.51		
Cs	159	4.05	2.55	140	5
La	1976	16.39	0.83	2130	90
Ce	167	1.46	0.88	170	16
Pr	485	5.23	1.08	550	40
Nd	1826	24.76	1.36	2060	86
Sm	565	6.86	1.21	570	50
Eu	7.55	0.12	1.57	8.0	0.6
Gd	848	12.33	1.46	790	20
Tb	167	1.92	1.15	160	9
Dy	1018	16.37	1.61	1050	90
Ho	207	3.49	1.69	<u>200</u>	
Er	594	7.76	1.31	590	17
Tm	81.5	0.87	1.07	72.0	7.2
Yb	446	4.61	1.03	450	26
Lu	63.6	0.63	0.99	57.0	4.4
Ta	4.63	0.76	16.46		
W	16.2	0.33	2.05		
Tl	4.92	0.29	5.95		
Pb	115	1.53	1.33		
Bi	14.6	0.23	1.60		
Th	19.7	1.42	7.22	21.0	1.2
U	9.95	0.18	1.84		

上述准确度和精密度结果表明,混合酸分解稀土矿石, ICP-MS 测定的分析方法能够比较好的满足一般稀土矿石对稀土元素等元素的分析要求。

3.7 分析方法参数

本方法的测量条件实验是在 PE 公司的光谱仪 PerkinElmer NexION 300D 上进行的，由于为多元素分析，要兼顾各元素的结果，经过仪器测量条件实验优化得到仪器的参考工作参数见表 18，不同的厂家的仪器，工作参数各不相同，需要根据所测样品做仪器测量条件实验来确定。

表18 电感耦合等离子体质谱仪工作参考条件

参 数	设定值	参 数	设定值
ICP功率(W)	1400	跳 峰	1点/质量
冷却气流量(L/min)	18.0	停留时间	10 ms/点
辅助气流量(L/min)	1.2	扫描次数	40 次
雾化气流量(L/min)	1.0	测量时间	31 秒
取样锥孔径(mm)	1.0		
截取锥孔径(mm)	0.9	氩气	高纯（氩质量分数≥99.99%）
超锥孔径(mm)	1.1		

3.8 方法质量参数确定（方法准确度协作试验）

3.8.1 方法精密度协作试验样品的选择

根据 GB/T 6379.1-2004 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第一部分：总则与定义，用于方法准确度试验的物料必须满足代表性、均匀性和较大的水平变化范围。选择五个稀土矿石的国家一级标准物质为方法精密度试验样品，见表 19。验证样品各稀土元素的含量见表 20，所测元素力尽量覆盖涵盖较大的水平范围，但因为是多元素分析，难免有顾此失彼的情况。

表 19 精密度协作试验样品编号表

序号	验证样品编号	国标编号	采样地点
1	XT-1	GBW07159	江西龙南足洞矿
2	XT2	GBW07160	江西南康龙回矿
3	XT-3	GBW07161	江西南康龙回矿
4	XT-4	GBW07187	湖南
5	XT-5	GBW07188	广东

表 20 精密度协作试验样品各元素质量分数 $\mu\text{g/g}$

验证样品编号	XT-1	XT-2	XT-3	XT-4	XT-5
样品原编号	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
La	17.1	94	2361	2130	2000
Ce	17.7	28.3	187	170	430
Pr	5.2	<u>37.2</u>	450	550	730
Nd	23.7	189	1595	2060	3400
Sm	13.5	129	284	570	1700
Eu	0.30	1.55	64.8	8.0	18
Gd	28.1	<u>234</u>	226	790	2200
Tb	7.0	49.1	34.6	160	470
Dy	49.1	314	183	1050	3200
Ho	10.5	65.5	35.7	<u>200</u>	<u>560</u>
Er	31.8	192	96.2	590	1700
Tm	5.0	27.7	13.2	72	270
Yb	32.1	193	87.8	450	1800
Lu	4.8	26.7	12	57	260
Y	449	2386	976	6322	17000
Li	66.1	63.9	21.8	183	59.1
Sc	6.53	6.41	8.82	7.38	5.38
Mn	127	128	568	858	457
Zn	67.5	68.9	61.7	50.5	60.5
Ga	37.7	36.6	30.8	51.0	37.8
Rb	654	653	119	1130	417
Nb	44.7	45.0	36.7	23.8	61.0
Cs	17.7	17.3	5.66	147	11.3
Ta	6.37	6.46	3.97	19.9	6.85
W	3.86	4.47	2.26	17.4	15.5
Tl	3.07	2.93	0.65	5.01	1.66
Pb	144	154	32.2	117	198
Th	45.9	45.5	27.5	19.1	57.4
U	8.45	8.57	6.21	10.4	9.02

3.8.2 方法精密度协作试验数据统计分析

按照 GB/T 6379.1-2004 的要求，邀请了 13 个实验室参加方法准确度协作试验（在数据统计之时，收回 12 家实验室数据），5 个精密度协作试验样品发放到各家实验室（实验室代码和名称见表 2），每个实验室的实验人员依据提供的分析方法（草案）。12 家实验数据，按照 GB/T6379.2-2004 的要求对所接受的精密试验样品要求测试的元素提供 4 个独立分析数据，给每个参加试验的实验室只提供测定元素的含量范围。

将检测数据汇总，按 GB/T6379.2-2004 统计分析计算方法的重复性限与再现性限及偏倚，各元素分析准确度协作试验数据汇总统计分析见表 21～表 92。结果表明，给出的水平范围内，其绝对差值超过重复性限（r）和再现性限（R）的情况均不超过 5%。

表 21 Li 准确度协作试验数据汇总表

分析元素：	Li			计量单位：ug/g	
外发编号	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
1_1	65.8	67.6	22.1	180	57.2
1_2	66.5	66.6	22.4	179	54.6
1_3	65.7	67.7	22.4	182	56.5
1_4	67.7	70.6	22.3	179	55.1
2_1	68.5	64.5	22.5	185	57.5
2_2	68.8	64.9	22.7	187	57.0
2_3	67.5	64.7	22.3	189	57.7
2_4	68.0	65.0	23.0	182	56.4
3_1	72.9	73.1	23.5	180	54.1
3_2	72.1	71.7	23.6	184	53.6
3_3	72.2	71.6	23.8	178	54.1
3_4	75.9	69.7	23.4	177	54.6
4_1	64.8	65.6	22.7	177	54.3
4_2	65.6	70.1	21.9	174	53.5
4_3	67.8	67.2	22.5	173	52.1
4_4	66.7	68.9	23.2	178	54.3
5_1	65.3	64.7	20.1	173	54.5
5_2	64.4	63.6	19.0	177	55.5
5_3	66.9	65.1	19.3	176	55.7
5_4	69.6	64.2	19.4	170	57.7
6_1	68.9	66.7	19.1	176**	56.4
6_2	70.2	68.6	20.1	181**	56.6
6_3	70.8	69.2	21.0	196**	56.5

分析元素:	Li			计量单位: ug/g	
外发编号	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
6_4	68.6	66.9	19.7	185**	59.0
7_1	75.5	75.4	21.0	192	61.3*
7_2	76.9	74.1	22.2	198	57.9*
7_3	75.3	75.0	21.4	194	55.8*
7_4	77.9	74.3	21.8	194	60.1*
8_1	87.4**	78.9	26.4	197	63.1*
8_2	82.6**	78.5	24.3	194	61.6*
8_3	88.0**	75.9	26.5	198	65.3*
8_4	89.7**	76.6	25.8	199	62.8*
9_1	66.8	64.5	21.5	167	53.3
9_2	66.1	67.4	20.9	168	53.4
9_3	67.1	65.3	20.8	171	55.4
9_4	66.8	64.6	21.4	178	55.4
10_1	67.3	67.1	21.5	177	54.7
10_2	67.1	66.9	22.5	183	54.7
10_3	67.1	66.1	21.5	188	53.2
10_4	66.5	68.6	20.8	180	55.1
11_1	70.1	70.5	21.2	188	55.9
11_2	70.6	70.2	21.4	193	56.4
11_3	70.2	70.3	21.0	188	56.5
11_4	70.2	70.1	21.1	192	57.3
12_1	71.2	71.2	23.2	183	58.1
12_2	72.5	70.2	23.5	188	58.1
12_3	73.2	72.8	23.1	189	56.4
12_4	72.3	72.8	22.3	187	58.2
注: **为离群值, *为歧离值, 离群值剔除, 歧离值仍参与计算。					

表 22 Li 准确度协作试验数据统计表

样品/水平	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
参加实验室数目	12	12	12	12	12
有效实验室数目	11	12	12	11	12
总平均值 (μg/g)	69.4	69.3	22.1	183	56.6
标准推荐值(μg/g)	69.7	69.0	18.5	184	56.2
相对误差 (RE%)	-0.49	0.42	19.27	-0.37	0.63
重复性标准差 (S_r)	1.164	1.219	0.539	3.129	1.221
再现性标准差 (S_R)	3.535	4.148	1.735	8.812	2.840
重复性限 (r)	3.261	3.414	1.508	8.760	3.419
再现性限 (R)	9.897	11.615	4.857	24.674	7.952
$\gamma=S_R/S_r$	3.04	3.40	3.22	2.82	2.33
$A=1.96f$	0.57	0.55	0.54	0.56	0.53
测量方法偏倚 δ	-0.34	0.29	3.56	-0.68	0.35

$\delta-AS_R$	-2.34	-1.98	2.62	-5.64	-1.14
$\delta+AS_R$	1.66	2.56	4.51	4.27	1.84

表 23 Be 准确度协作试验数据汇总表

分析元素:	Be		计量单位: ug/g		
外发编号	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
1_1	2.81	3.17	2.40	15.4	4.51
1_2	2.84	3.08	2.44	15.5	4.83
1_3	2.86	3.17	2.46	15.3	4.66
1_4	2.81	3.02	2.51	15.5	4.58
2_1	3.02	2.90	2.40	13.9	4.42
2_2	3.06	3.12	2.54	13.8	4.56
2_3	2.98	3.15	2.50	13.8	4.64
2_4	2.86	3.28	2.48	14.3	4.02
3_1	2.61	2.66	2.19	14.3	3.98
3_2	2.63	2.61	2.29	14.0	3.98
3_3	2.66	2.67	2.16	13.7	3.98
3_4	2.68	2.61	2.23	14.0	4.00
4_1	2.85	3.22	2.55	14.7	4.72
4_2	2.89	3.07	2.47	15.4	4.88
4_3	2.78	3.15	2.68	15.3	4.67
4_4	2.83	3.09	2.51	14.9	4.73
5_1	3.97	3.34	2.53	13.3	4.46
5_2	3.88	3.68	2.75	13.7	4.24
5_3	3.76	3.52	2.75	13.9	4.30
5_4	3.69	3.45	2.64	13.9	4.47
6_1	3.49	3.66	2.12	18.8**	4.87
6_2	3.40	3.86	2.18	18.1**	4.76
6_3	3.14	3.57	2.19	16.4**	4.31
6_4	3.31	3.80	2.25	18.6**	4.30
7_1	3.57	3.37	2.39	16.6	5.55
7_2	3.55	3.39	2.39	17.0	5.21
7_3	3.52	3.39	2.32	16.7	5.37
7_4	3.77	3.35	2.45	16.6	5.58
8_1	53.9**	10.1**	6.78**	21.2*	7.65**
8_2	53.4**	12.9**	5.99**	20.2*	8.02**
8_3	53.6**	9.91**	6.80**	20.6*	7.64**
8_4	54.2**	12.3**	6.44**	22.1*	8.31**
9_1	2.35	2.51	1.76*	12.1	4.04
9_2	2.49	2.47	1.77*	12.3	4.17
9_3	2.31	2.55	1.83*	12.4	4.27
9_4	2.38	2.52	1.73*	12.1	4.16
10_1	2.87	2.79	2.26	15.1	4.37
10_2	2.81	2.74	2.35	14.2	4.49

分析元素:	Be		计量单位: ug/g		
外发编号	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
10_3	2.75	2.82	2.20	14.1	4.49
10_4	2.74	2.79	2.20	14.6	4.48
11_1	2.82	2.99	2.36	15.8	4.52
11_2	2.85	3.00	2.40	15.2	4.46
11_3	2.86	3.01	2.42	15.2	4.12
11_4	2.84	3.01	2.46	15.9	4.21
12_1	3.60	3.33	2.60	16.3	4.86
12_2	3.49	3.14	2.55	16.2	4.92
12_3	3.30	3.28	2.73	16.9	4.76
12_4	3.38	3.49	2.55	15.5	4.89

表 24 Be 准确度协作试验数据统计表

样品/水平	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
参加实验室数目	12	12	12	12	12
有效实验室数目	11	11	11	11	11
总平均值 (μg/g)	3.05	3.11	2.36	15.3	4.54
标准推荐值(μg/g)	-	-	-	-	-
相对误差 (RE%)	-	-	-	-	-
重复性标准差 (S_r)	0.090	0.094	0.067	0.397	0.162
再现性标准差 (S_R)	0.449	0.374	0.257	2.305	0.411
重复性限 (r)	0.252	0.263	0.188	1.112	0.454
再现性限 (R)	1.258	1.048	0.720	6.454	1.152
$\gamma=S_R/S_r$	5.00	3.98	3.83	5.81	2.54
$A=1.96f$	0.58	0.58	0.58	0.58	0.56
测量方法偏倚 δ	-	-	-	-	-
$\delta-AS_R$	-	-	-	-	-
$\delta+AS_R$	-	-	-	-	-

表 25 Sc 准确度协作试验数据汇总表

分析元素:	Sc			计量单位: ug/g	
外发编号	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
1_1	6.21	6.55	8.21	6.85	5.09
1_2	6.35	6.39	8.08	7.21	5.01
1_3	6.58	6.23	8.39	7.07	5.01
1_4	6.22	6.24	8.06	7.08	4.95
2_1	6.02	5.84	8.15	7.98	5.90
2_2	6.13	6.02	8.30	7.45	5.76
2_3	6.42	6.13	8.64	7.05	5.84
2_4	5.92	6.05	9.05	8.03	5.68
3_1	5.38	5.29	6.91	5.34	4.10

分析元素:	Sc			计量单位: ug/g	
外发编号	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
3_2	5.35	5.06	6.96	5.39	3.89
3_3	5.16	5.13	6.90	5.09	3.84
3_4	5.50	5.16	6.83	5.36	3.95
4_1	6.32	6.32	8.07	7.15	5.11
4_2	6.57	6.27	8.34	7.03	5.08
4_3	6.55	6.55	8.26	7.25	5.07
4_4	6.33	6.42	8.00	7.09	5.01
5_1	5.17	5.97	7.05	7.15	5.51
5_2	4.95	5.96	6.68	7.43	5.46
5_3	5.01	5.93	6.73	7.60	5.63
5_4	5.19	6.22	6.84	7.43	5.87
6_1	5.25	5.33	6.53	5.69	4.29*
6_2	5.08	5.12	6.74	5.72	4.96*
6_3	5.05	5.04	6.52	5.30	4.43*
6_4	5.11	5.14	6.47	5.46	4.51*
7_1	8.21*	7.94*	10.8*	7.92	5.60
7_2	8.54*	7.92*	10.1*	7.49	5.45
7_3	8.65*	7.79*	10.7*	7.26	5.43
7_4	8.40*	7.87*	10.4*	7.50	5.54
8_1	6.41	6.69	8.77	6.95	5.56
8_2	6.57	6.91	8.05	6.74	5.52
8_3	6.80	6.85	8.84	7.32	5.64
8_4	6.71	6.72	8.28	7.20	5.46
9_1	5.41	6.21	7.16	6.53	6.00
9_2	5.17	6.05	7.16	6.81	5.63
9_3	5.19	5.90	7.05	6.38	6.16
9_4	5.46	6.54	6.79	6.93	6.07
10_1	6.15	5.78	8.02	6.61	4.84
10_2	6.12	6.08	7.71	6.37	4.82
10_3	6.16	6.08	7.91	6.30	4.70
10_4	6.10	6.24	7.70	6.75	4.83
11_1	6.16	5.92	8.03	6.52	4.88
11_2	6.24	5.96	8.12	6.40	4.76
11_3	6.19	5.98	8.06	6.54	4.82
11_4	6.12	5.93	8.03	6.49	4.83
12_1	5.77	5.87	7.50	5.78	4.50
12_2	6.03	5.82	7.68	6.43	4.60
12_3	6.01	5.96	7.48	6.25	4.36
12_4	5.98	6.11	7.46	6.18	4.54

表 26 Sc 准确度协作试验数据统计表

样品/水平	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
参加实验室数目	12	12	12	12	12
有效实验室数目	12	12	12	12	12
总平均值 (μg/g)	6.09	6.16	7.89	6.71	5.09
标准推荐值(μg/g)	6.2	5.8	7.7	6.6	4.7
相对误差 (RE%)	-1.76	6.14	2.41	1.59	8.37
重复性标准差 (S_r)	0.142	0.141	0.217	0.236	0.138
再现性标准差 (S_R)	0.922	0.724	1.082	0.777	0.617
重复性限 (r)	0.397	0.396	0.608	0.662	0.386
再现性限 (R)	2.582	2.027	3.031	2.177	1.729
$\gamma=S_R/S_r$	6.50	5.12	4.99	3.29	4.48
$A=1.96f$	0.56	0.56	0.56	0.55	0.56
测量方法偏倚 δ	-0.11	0.36	0.19	0.11	0.39
$\delta-AS_R$	-0.63	-0.05	-0.42	-0.32	0.05
$\delta+AS_R$	0.41	0.76	0.79	0.53	0.74

表 27 Mn 准确度协作试验数据汇总表

分析元素:	Mn			计量单位:	ug/g
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
1_1	129	122	543	827	424
1_2	129	124	549	793	402
1_3	129	124	545	806	417
1_4	124	126	538	818	405
2_1	135	136	570	868	465
2_2	132	138	582	872	485
2_3	138	132	579	876	468
2_4	140	136	586	880	476
3_1	132	127	608**	785	384
3_2	126	121	543**	780	381
3_3	124	124	529**	765	390
3_4	130	122	524**	764	387
4_1	128	124	532	797	411
4_2	125	125	544	833	417
4_3	128	126	538	813	419
4_4	123	123	550	825	423
5_1	146	144	594	812	462
5_2	148	146	548	847	445
5_3	141	151	558	814	428
5_4	143	149	566	787	429
6_1	131*	129**	556	803**	412**

分析元素:	Mn			计量单位: ug/g	
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
6_2	139*	143**	602	898**	486**
6_3	131*	129**	568	822**	432**
6_4	146*	145**	623	895**	464**
7_1	85.7*	86.5*	557	799	463
7_2	87.1*	80.8*	563	801	471
7_3	85.7*	80.5*	550	801	466
7_4	83.8*	85.4*	562	820	457
8_1	137	137	564	816	438
8_2	134	137	540	791	431
8_3	147	137	568	836	475
8_4	143	135	547	846	431
9_1	116	115	529	826	420
9_2	115	119	525	833	411
9_3	114	114	541	840	411
9_4	116	114	546	831	403
10_1	116	118	512	770	390
10_2	114	115	518	778	393
10_3	115	114	509	785	385
10_4	113	115	498	787	395
11_1	120	120	520	800	380
11_2	120	120	520	810	380
11_3	120	120	520	810	380
11_4	120	120	520	810	380
12_1	126	126	577	825	417
12_2	130	126	578	846	427
12_3	130	129	568	847	396
12_4	128	129	551	829	415

表 28 Mn 准确度协作试验数据统计表

样品/水平	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
参加实验室数目	12	12	12	12	12
有效实验室数目	12	11	11	11	11
总平均值 (μg/g)	125	123	551	816	421
标准推荐值(μg/g)	132	124	534	774	402
相对误差 (RE%)	-5.09	-0.78	3.23	5.41	4.78
重复性标准差 (S_r)	3.441	2.123	13.498	13.958	10.431
再现性标准差 (S_R)	15.922	16.413	26.818	29.806	32.338
重复性限 (r)	9.635	5.944	37.795	39.082	29.207
再现性限 (R)	44.582	45.957	75.092	83.457	90.545
$\gamma=S_R/S_r$	4.63	7.73	1.99	2.14	3.10
$A=1.96f$	0.56	0.59	0.53	0.54	0.57

测量方法偏倚 δ	-6.72	-0.97	17.23	41.89	19.20
δ -AS _R	-15.57	-10.61	2.96	25.79	0.86
δ +AS _R	2.13	8.67	31.49	57.99	37.55

表 29 Co 准确度协作试验数据汇总表

分析元素:	Co			计量单位:	ug/g
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
1_1	1.00	0.99	14.1	0.67	1.54
1_2	0.97	0.98	13.5	0.67	1.46
1_3	1.02	1.02	14.1	0.68	1.47
1_4	0.99	1.03	13.6	0.65	1.39
2_1	1.10	0.98*	14.5	0.78	1.68
2_2	1.08	1.05*	13.8	0.80	1.72
2_3	1.04	1.12*	14.3	0.82	1.80
2_4	1.15	1.20*	13.9	0.76	1.76
3_1	0.89	0.91	12.0	0.66**	1.26
3_2	0.90	0.93	11.4	0.67**	1.21
3_3	0.94	0.87	11.5	0.62**	1.21
3_4	0.92	0.89	11.5	0.82**	1.20
4_1	0.98	0.97	14.1	0.66	1.47
4_2	0.96	0.95	13.6	0.67	1.55
4_3	0.97	1.03	13.8	0.65	1.57
4_4	0.99	1.01	14.3	0.67	1.54
5_1	1.04	1.01	12.7	0.65	1.42
5_2	1.01	1.08	12.7	0.70	1.47
5_3	0.96	1.03	12.9	0.71	1.42
5_4	1.00	1.02	12.3	0.68	1.41
6_1	0.95	0.95	13.0	0.64	1.32*
6_2	1.04	1.06	13.7	0.69	1.55*
6_3	0.93	0.94	12.6	0.64	1.36*
6_4	0.99	0.98	12.8	0.63	1.33*
7_1	1.09	1.05	13.8	0.73	1.71
7_2	1.04	1.08	13.7	0.70	1.72
7_3	1.03	1.04	14.0	0.75	1.75
7_4	1.02	1.03	14.1	0.74	1.71
8_1	1.08	1.08	15.0	0.78	1.66
8_2	1.13	1.13	14.9	0.73	1.72
8_3	1.20	1.18	14.9	0.77	1.56
8_4	1.19	1.14	14.8	0.77	1.64
9_1	1.07	1.13	14.2	0.80	1.69
9_2	1.06	1.12	14.0	0.78	1.67
9_3	1.02	1.09	14.3	0.77	1.62
9_4	1.10	1.13	14.3	0.79	1.59

分析元素：	Co			计量单位：ug/g	
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
10_1	0.95	1.10	13.4	0.68	1.41
10_2	0.95	0.95	14.3	0.64	1.41
10_3	0.95	0.93	13.3	0.63	1.37
10_4	0.94	0.95	13.0	0.65	1.41
11_1	1.10	1.08	13.1	0.76	1.57
11_2	1.08	1.12	13.8	0.75	1.57
11_3	1.02	1.05	14.0	0.74	1.55
11_4	1.05	1.11	14.2	0.76	1.58
12_1	1.02	1.05	14.3	0.70	1.47
12_2	1.09	1.05	14.6	0.74	1.55
12_3	1.08	1.04	14.2	0.72	1.43
12_4	1.08	1.06	14.2	0.71	1.51

表 30 Co 准确度协作试验数据统计表

样品/水平	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
参加实验室数目	12	12	12	12	12
有效实验室数目	12	12	12	11	12
总平均值 (μg/g)	1.02	1.04	13.6	0.71	1.52
标准推荐值(μg/g)	-	-	-	-	-
相对误差 (RE%)	-	-	-	-	-
重复性标准差 (S _r)	0.034	0.046	0.331	0.020	0.051
再现性标准差 (S _R)	0.074	0.078	0.918	0.056	0.159
重复性限 (r)	0.096	0.128	0.926	0.056	0.143
再现性限 (R)	0.206	0.218	2.569	0.158	0.445
$\gamma = S_R / S_r$	2.15	1.70	2.77	2.84	3.10
$A = 1.96f$	0.52	0.49	0.54	0.56	0.54
测量方法偏倚 δ	-	-	-	-	-
δ-AS _R	-	-	-	-	-
δ+AS _R	-	-	-	-	-

表 31 Ni 准确度协作试验数据汇总表

分析元素：	Ni			计量单位：ug/g	
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
1_1	1.18	0.51	56.7	0.21	7.21
1_2	1.01	0.45	55.8	0.21	7.14
1_3	1.12	0.43	53.6	0.23	6.92
1_4	1.15	0.42	56.3	0.23	6.85
2_1	0.76	0.30	59.5	0.25	7.02
2_2	0.68	0.34	59.7	0.20	7.15
2_3	0.81	0.38	56.7	0.16	7.08

分析元素：	Ni			计量单位： ug/g	
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
2_4	0.84	0.56	57.9	0.30	7.21
3_1	0.29	0.51	46.3	0.21	5.49
3_2	0.19	0.48	43.5	0.54	5.44
3_3	0.28	0.28	41.2	0.47	5.63
3_4	0.43	0.22	42.2	0.20	5.57
4_1	1.12	0.47	52.9	0.24	7.05
4_2	1.05	0.53	53.6	0.24	7.11
4_3	1.11	0.43	55.7	0.23	7.19
4_4	1.07	0.45	54.3	0.23	7.25
5_1	0.84	0.85	52.3	0.79	5.60
5_2	0.81	0.91	53.1	0.76	5.76
5_3	0.80	0.89	55.1	0.75	5.96
5_4	0.80	0.89	53.4	0.78	6.08
6_1	0.21	0.26	48.5	0.55	6.50**
6_2	0.23	0.33	52.1	0.69	7.92**
6_3	0.27	0.33	46.0	0.60	6.86**
6_4	0.35	0.47	44.0	0.70	6.79**
7_1	1.59	3.75**	53.5	11.4**	31.6**
7_2	1.57	3.55**	46.8	11.2**	31.5**
7_3	1.45	3.43**	53.7	11.2**	31.3**
7_4	1.48	3.75**	48.9	11.5**	31.7**
8_1	1.06	0.96	58.5	1.04	9.21
8_2	1.06	0.87	58.5	1.14	8.98
8_3	0.96	0.92	60.8	1.03	8.78
8_4	0.97	0.97	56.1	1.13	8.83
9_1	1.86**	1.56	49.3	2.30	8.43
9_2	1.31**	1.70	48.9	1.95	8.42
9_3	1.74**	1.85	51.2	1.98	8.58
9_4	1.60**	1.43	51.4	2.10	8.29
10_1	0.40	0.37	51.5	0.89	6.87
10_2	0.34	0.31	52.7	0.76	6.46
10_3	0.30	0.29	50.3	0.74	6.83
10_4	0.38	0.23	49.6	0.80	6.79
11_1	<1.1	<1.1	50.3	1.13	7.02
11_2	<1.1	<1.1	52.0	1.15	7.01
11_3	<1.1	<1.1	50.3	1.12	7.04
11_4	<1.1	<1.1	51.2	1.12	7.04
12_1	1.01	1.13	51.6	1.34	7.09
12_2	1.08	1.11	53.0	1.37	7.48
12_3	1.04	1.07	52.2	1.36	6.98
12_4	1.01	1.02	50.8	1.23	7.12

表 32 Ni 准确度协作试验数据统计表

样品/水平	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
参加实验室数目	12	12	12	12	12
有效实验室数目	10	10	12	11	10
总平均值 (μg/g)	0.75	0.62	52.2	0.81	7.10
标准推荐值(μg/g)	-	-	-	-	-
相对误差 (RE%)	-	-	-	-	-
重复性标准差 (S_r)	0.057	0.089	1.922	0.084	0.152
再现性标准差 (S_R)	0.467	0.468	4.621	0.581	1.028
重复性限 (r)	0.161	0.248	5.380	0.235	0.425
再现性限 (R)	1.308	1.311	12.939	1.626	2.879
$\gamma=S_R/S_r$	8.14	5.29	2.40	6.91	6.77
$A=1.96f$	0.59	0.58	0.53	0.59	0.61
测量方法偏倚 δ	-	-	-	-	-
$\delta-AS_R$	-	-	-	-	-
$\delta+AS_R$	-	-	-	-	-

表 33 Cu 准确度协作试验数据汇总表

分析元素:	Cu			计量单位:	ug/g
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
1_1	0.59	0.52	22.7	16.7	4.48
1_2	0.96	0.55	21.4	16.9	4.58
1_3	0.43	0.48	22.4	16.4	4.51
1_4	0.66	0.46	21.9	15.6	4.37
2_1	0.59	0.48	20.5	15.7	4.53
2_2	0.62	0.47	20.9	16.8	4.62
2_3	0.63	0.43	21.6	17.4	4.58
2_4	0.58	0.50	20.1	16.0	4.45
3_1	0.07	-	18.4	13.8	3.43
3_2	0.43	-	16.6	12.7	2.84
3_3	0.19	0.26	16.4	12.1	3.26
3_4	0.07	0.15	16.5	13.1	3.01
4_1	0.52	0.48	22.8	15.7	4.42
4_2	0.86	0.57	23.1	15.8	4.55
4_3	0.67	0.59	21.6	15.9	4.58
4_4	0.74	0.47	21.7	16.3	4.62
5_1	0.47	0.75	19.3	12.3	5.11
5_2	0.46	0.79	18.3	12.9	5.02
5_3	0.46	0.77	18.9	12.8	5.16
5_4	0.46	0.74	19.6	12.3	5.21
6_1	0.53	0.41	17.2	12.9	3.51

分析元素:	Cu			计量单位: ug/g	
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
6_2	0.43	0.37	16.8	12.3	3.92
6_3	0.50	0.43	18.0	12.6	3.85
6_4	0.48	0.56	17.0	12.8	3.60
7_1	1.85	1.21	23.5	17.6	7.58*
7_2	1.87	1.20	23.7	16.9	8.23*
7_3	1.88	1.08	24.4	17.8	7.02*
7_4	1.89	1.16	23.1	17.4	8.22*
8_1	1.01	1.55**	22.9	22.3	5.20
8_2	1.05	0.99**	23.4	21.9	5.98
8_3	1.22	0.04**	22.5	21.2	5.52
8_4	1.26	1.01**	23.3	23.7	5.42
9_1	1.30	1.42	23.8	16.4	6.08
9_2	1.22	1.37	22.9	17.8	5.66
9_3	1.34	1.43	23.9	17.5	5.63
9_4	0.98	1.31	23.4	17.7	5.87
10_1	0.56	0.44	19.3	14.9	4.36
10_2	0.51	0.43	20.9	15.4	4.34
10_3	0.52	0.46	21.9	13.8	4.28
10_4	0.53	0.45	19.5	15.1	4.49
11_1	4.25**	4.41**	22.5	18.8	4.85
11_2	4.32**	4.50**	22.8	17.5	4.71
11_3	4.47**	4.43**	22.2	17.7	4.93
11_4	4.50**	4.36**	21.8	18.1	4.68
12_1	0.87	0.92	22.2	15.7	3.87
12_2	0.94	0.85	21.2	16.1	3.03
12_3	0.89	0.87	21.5	15.1	4.17
12_4	0.91	0.91	22.6	15.8	4.05

表 34 Cu 准确度协作试验数据统计表

样品/水平	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
参加实验室数目	12	12	12	12	12
有效实验室数目	11	10	12	12	12
总平均值 (μg/g)	0.80	0.70	21.1	16.0	4.80
标准推荐值(μg/g)	-	-	-	-	-
相对误差 (RE%)	-	-	-	-	-
重复性标准差 (S_r)	0.114	0.050	0.682	0.601	0.275
再现性标准差 (S_R)	0.476	0.361	2.359	2.774	1.223
重复性限 (r)	0.320	0.140	1.911	1.684	0.771
再现性限 (R)	1.333	1.010	6.605	7.767	3.425
$\gamma=S_R/S_r$	4.17	7.22	3.46	4.61	4.44
$A=1.96f$	0.58	0.62	0.55	0.56	0.55

测量方法偏倚 δ	-	-	-	-	-
$\delta-AS_R$	-	-	-	-	-
$\delta+AS_R$	-	-	-	-	-

表 35 Zn 准确度协作试验数据汇总表

分析元素:	Zn			计量单位:	ug/g
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
1_1	65.8	67.5	57.8	48.9	58.7
1_2	65.7	67.7	60.9	49.8	58.7
1_3	66.9	66.1	58.6	52.6	58.9
1_4	64.3	66.6	59.0	49.7	59.9
2_1	69.5	70.3	62.4	52.9	63.5
2_2	67.3	69.4	63.5	51.9	63.9
2_3	68.5	68.3	63.9	53.2	63.6
2_4	69.9	70.5	62.1	53.9	62.9
3_1	76.7	70.6	70.4	60.0**	59.2**
3_2	74.5	65.8	67.8	55.2**	53.4**
3_3	71.8	76.7	66.1	52.0**	61.6**
3_4	72.8	73.7	73.6	68.7**	65.0**
4_1	66.3	67.2	58.9	50.5	57.7
4_2	65.4	65.3	56.1	51.3	58.6
4_3	64.2	66.5	57.4	51.7	57.8
4_4	63.5	68.1	60.3	49.6	57.9
5_1	57.0	57.5	48.7	42.2	44.7
5_2	56.3	56.7	49.5	43.2	44.8
5_3	58.7	57.5	48.2	43.4	45.0
5_4	57.2	57.9	48.1	42.7	45.7
6_1	67.8	60.4	54.6	43.5	56.4
6_2	65.9	57.0	57.6	45.0	57.1
6_3	68.2	60.9	61.2	44.0	54.5
6_4	67.8	61.6	59.2	44.1	53.6
7_1	82.0	75.0	72.2	58.1	73.5
7_2	80.2	74.5	72.5	60.0	73.2
7_3	81.7	74.2	73.3	59.5	73.5
7_4	83.1	75.4	74.1	57.7	74.5
8_1	69.8	73.4	71.1	63.2	56.8
8_2	65.7	79.1	68.8	67.6	58.6
8_3	71.1	69.1	75.9	65.0	56.1
8_4	68.7	74.9	71.5	67.1	57.4
9_1	63.9	66.0	60.4	46.6	57.9
9_2	62.2	62.4	57.9	48.0	62.4
9_3	61.4	62.9	60.3	49.5	58.5
9_4	62.7	64.1	57.6	50.6	61.2

分析元素：	Zn			计量单位： ug/g	
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
10_1	63.1	66.0	61.3	53.4	58.5
10_2	67.4	65.4	62.4	50.2	58.0
10_3	71.0	70.0	60.9	55.3	59.5
10_4	68.2	69.6	63.0	52.3	59.8
11_1	65.6	68.6	64.2	51.7	58.6
11_2	67.4	69.2	64.0	50.9	58.2
11_3	66.2	68.6	63.2	50.5	58.6
11_4	68.2	69.2	64.1	50.7	58.9
12_1	70.8	76.7	58.5	42.9	52.2
12_2	66.7	75.6	56.9	44.1	53.5
12_3	69.8	76.4	57.8	43.9	51.9
12_4	69.4	66.5	56.9	45.5	53.4

表 36 Zn 准确度协作试验数据统计表

样品/水平	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
参加实验室数目	12	12	12	12	12
有效实验室数目	12	12	12	11	11
总平均值 (μg/g)	67.9	68.0	62.0	51.1	58.4
标准推荐值(μg/g)	-	-	-	-	-
相对误差 (RE%)	-	-	-	-	-
重复性标准差 (S _r)	1.676	2.561	1.784	1.320	1.002
再现性标准差 (S _R)	6.118	5.915	7.073	6.817	7.004
重复性限 (r)	4.692	7.169	4.996	3.697	2.806
再现性限 (R)	17.129	16.562	19.805	19.088	19.612
$\gamma=S_R/S_r$	3.65	2.31	3.96	5.16	6.99
$A=1.96f$	0.55	0.52	0.55	0.58	0.59
测量方法偏倚 δ	-	-	-	-	-
δ-AS _R	-	-	-	-	-
δ+AS _R	-	-	-	-	-

表 37 Ga 准确度协作试验数据汇总表

分析元素：	Ga			计量单位： ug/g	
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
1_1	35.3	36.0	28.5	49.7	38.1
1_2	35.2	35.1	29.1	50.0	37.0
1_3	36.9	34.2	29.4	48.2	37.4
1_4	35.9	34.6	29.7	48.9	36.3
2_1	34.5	34.1	29.9	49.9	36.5
2_2	35.1	34.7	31.5	49.7	35.9
2_3	34.5	34.9	30.9	48.8	35.4

分析元素：	Ga			计量单位：	ug/g
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
2_4	34.0	35.0	31.7	50.1	35.3
3_1	28.5	28.7	29.3	43.7	38.9
3_2	26.6	27.8	29.2	44.8	40.1
3_3	27.5	28.7	28.4	43.1	39.4
3_4	28.0	27.6	29.5	43.4	41.8
4_1	34.8	34.8	28.6	49.4	36.3
4_2	35.2	35.2	29.3	48.3	37.5
4_3	36.7	36.1	28.4	47.9	35.9
4_4	37.1	35.3	29.5	48.4	36.3
5_1	31.6	31.0*	24.5	47.3	34.8
5_2	32.1	27.1*	22.7	47.2	35.3
5_3	31.0	28.2*	23.8	47.7	35.9
5_4	30.2	29.6*	23.3	48.3	35.9
6_1	31.4	30.7	30.5	46.0	45.3**
6_2	32.4	31.1	31.1	49.2	44.9**
6_3	30.9	32.6	30.3	49.7	47.4**
6_4	31.7	31.5	30.4	47.4	41.4**
7_1	45.3**	45.7**	40.4*	63.3*	53.3
7_2	44.7**	44.4**	41.8*	65.2*	53.7
7_3	44.1**	43.4**	40.3*	64.1*	51.3
7_4	45.1**	45.8**	40.3*	63.1*	53.9
8_1	33.3	32.5	26.4	41.5	31.0
8_2	32.7	32.9	24.2	40.5	30.7
8_3	34.5	33.2	25.9	42.4	30.8
8_4	33.5	32.8	24.4	41.9	30.3
9_1	32.3	33.8	22.3	38.9	26.2
9_2	31.8	33.3	21.7	39.8	26.1
9_3	31.9	32.3	22.8	38.7	26.9
9_4	31.8	32.1	22.8	40.6	26.5
10_1	31.1	32.2	32.8	50.6	50.9
10_2	31.1	32.0	33.8	53.6	50.0
10_3	30.8	31.7	32.6	53.3	49.0
10_4	30.9	32.1	32.1	51.5	49.2
11_1	31.0	31.0	25.3	43.6	32.0
11_2	31.5	31.7	25.4	45.2	32.5
11_3	31.9	30.8	26.2	43.3	32.6
11_4	31.8	31.2	27.6	43.9	32.2
12_1	33.0	32.7	25.2	40.6	29.8
12_2	33.3	32.7	26.0	42.0	30.2
12_3	33.7	33.9	25.8	42.1	29.0
12_4	33.1	33.9	24.7	41.8	29.9

表 38 Ga 准确度协作试验数据统计表

样品/水平	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
参加实验室数目	12	12	12	12	12
有效实验室数目	11	11	12	12	11
总平均值 (μg/g)	32.5	32.4	28.8	47.5	37.0
标准推荐值(μg/g)	-	-	-	-	-
相对误差 (RE%)	-	-	-	-	-
重复性标准差 (S_r)	0.653	0.760	0.715	0.943	0.736
再现性标准差 (S_R)	2.476	2.407	4.953	6.525	8.152
重复性限 (r)	1.827	2.128	2.002	2.639	2.061
再现性限 (R)	6.933	6.740	13.868	18.270	22.826
$\gamma=S_R/S_r$	3.79	3.17	6.93	6.92	11.07
$A=1.96f$	0.58	0.57	0.56	0.56	0.59
测量方法偏倚 δ	-	-	-	-	-
$\delta-AS_R$	-	-	-	-	-
$\delta+AS_R$	-	-	-	-	-

表 39 Rb 准确度协作试验数据汇总表

分析元素:	Rb			计量单位:	ug/g
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
1_1	654	634	107	1152	409
1_2	653	633	109	1070	390
1_3	647	630	112	1138	405
1_4	652	642	110	1158	400
2_1	665	658	125	1168	425
2_2	668	660	124	1170	421
2_3	670	661	124	1186	426
2_4	662	665	122	1192	420
3_1	659	631	113	997	378
3_2	637	617	113	1006	371
3_3	622	634	113	975	373
3_4	640	614	114	997	388
4_1	651	635	104	1087	411
4_2	639	642	107	1105	415
4_3	647	628	108	1093	409
4_4	649	637	109	1145	414
5_1	687	672	104	1092	363
5_2	695	708	94.2	1047	374
5_3	660	686	97.2	1001	365
5_4	682	699	100	1043	359
6_1	651*	620	97.1	946	329

分析元素:	Rb			计量单位: ug/g	
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
6_2	607*	611	98.1	979	347
6_3	644*	611	92.3	993	339
6_4	616*	630	91.6	950	357
7_1	702	685	113	1079	410
7_2	687	667	121	1158	415
7_3	678	670	117	1125	410
7_4	703	692	115	1140	418
8_1	644	627	119	1027	397
8_2	648	646	108	1014	390
8_3	671	653	116	1061	396
8_4	656	643	109	1057	391
9_1	622	651	103	1078	370
9_2	617	641	101	1101	360
9_3	622	621	100	1101	376
9_4	626	617	102	1104	367
10_1	644	622	110	1080	398
10_2	642	632	113	1061	382
10_3	648	628	110	1035	373
10_4	643	630	107	1100	381
11_1	633	628	114	1060	392
11_2	636	635	105	1100	394
11_3	627	630	106	1070	394
11_4	628	626	110	1080	392
12_1	701	689	114	1085	396
12_2	715	685	116	1132	407
12_3	711	699	114	1123	386
12_4	700	704	111	1108	403

表 40 Rb 准确度协作试验数据统计表

样品/水平	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
参加实验室数目	12	12	12	12	12
有效实验室数目	12	12	12	12	12
总平均值 (μg/g)	655	647	109	1079	389
标准推荐值(μg/g)	630	613	101	1100	404
相对误差 (RE%)	4.04	5.62	8.14	-1.95	-3.64
重复性标准差 (S_r)	10.573	9.716	3.004	25.551	7.016
再现性标准差 (S_R)	27.927	28.121	8.373	63.851	23.787
重复性限 (r)	29.606	27.206	8.411	71.542	19.644
再现性限 (R)	78.196	78.739	23.445	178.782	66.604
$\gamma = S_R / S_r$	2.64	2.89	2.79	2.50	3.39
$A = 1.96f$	0.53	0.54	0.54	0.53	0.55

测量方法偏倚 δ	25.44	34.48	8.22	-21.48	-14.71
$\delta-AS_R$	10.51	19.30	3.72	-55.37	-27.72
$\delta+AS_R$	40.37	49.66	12.72	12.41	-1.70

表 41 Y 准确度协作试验数据汇总表

分析元素:	Y			计量单位:	ug/g
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
1_1	450	2424	1002	6333	17510
1_2	459	2406	1008	6392	17960
1_3	451	2483	1003	6395	17430
1_4	458	2420	1005	6342	17370
2_1	435	2456	985	6390	17020
2_2	440	2530	987	6417	17300
2_3	439	2435	980	6438	17030
2_4	442	2406	984	6410	17040
3_1	460	2450	979	6348	17296
3_2	445	2419	1006	6553	16760
3_3	453	2500	987	6192	16986
3_4	456	2395	1000	6348	17362
4_1	459	2512	1013	6287	17653
4_2	463	2432	1015	6342	17534
4_3	458	2455	1014	6375	17732
4_4	468	2437	1017	6279	17489
5_1	492	2350	997	6337	16553
5_2	475	2425	962	6702	16909
5_3	477	2361	955	6526	17175
5_4	497	2309	998	6465	17078
6_1	466	2580	975	6497	17947
6_2	470	2606	983	6651	17928
6_3	468	2598	932	6640	17733
6_4	488	2592	967	6586	17395
7_1	411	2646	881	6339	18145*
7_2	410	2542	904	6806	17438*
7_3	396	2536	899	6525	16531*
7_4	417	2587	881	6592	17543*
8_1	532	2919*	1163*	7491**	19610**
8_2	530	2943*	1088*	7222**	19260**
8_3	556	2963*	1159*	7524**	19510**
8_4	557	2884*	1092*	7549**	19260**
9_1	438	2524	950	6496	17192
9_2	455	2605	925	6534	17761

分析元素：	Y			计量单位：ug/g	
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
9_3	451	2445	953	6690	17633
9_4	428	2480	967	6598	17157
10_1	429	2372	963	6334	17618
10_2	460	2408	1025	6430	16557
10_3	423	2377	965	6271	17365
10_4	458	2431	1037	6331	17009
11_1	450	2360	982	6410	16600
11_2	445	2380	986	6440	16500
11_3	448	2390	983	6450	16800
11_4	449	2420	988	6420	16700
12_1	490	2645*	1004	6580	17850
12_2	503	2612*	1009	6837	18530
12_3	506	2668*	1006	6778	17580
12_4	489	2647*	984	6672	18180

表 42 Y 准确度协作试验数据统计表

样品/水平	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
参加实验室数目	12	12	12	12	12
有效实验室数目	12	12	12	11	11
总平均值 (μg/g)	463	2516	991	6472	17338
标准推荐值(μg/g)	449	2386	976	6300	17000
相对误差 (RE%)	3.01	5.45	1.49	2.73	1.99
重复性标准差 (S_r)	10.055	41.057	20.375	102.432	338.020
再现性标准差 (S_R)	35.494	160.374	56.495	156.144	494.568
重复性限 (r)	28.153	114.959	57.051	286.809	946.456
再现性限 (R)	99.382	449.048	158.186	437.203	1384.791
$\gamma=S_R/S_r$	3.53	3.91	2.77	1.52	1.46
$A=1.96f$	0.55	0.55	0.54	0.49	0.48
测量方法偏倚 δ	13.50	129.94	14.58	172.23	338.16
$\delta-AS_R$	-5.97	41.46	-15.78	96.29	102.58
$\delta+AS_R$	32.97	218.42	44.95	248.16	573.73

表 43 Nb 准确度协作试验数据汇总表

分析元素：	Nb			计量单位：ug/g	
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
1_1	45.8	47.1	37.9	24.4	60.8
1_2	46.5	46.7	38.8	24.5	60.1
1_3	45.8	46.1	36.4	24.6	62.4
1_4	44.6	47.0	37.4	24.7	62.1
2_1	42.7	43.7	35.7	22.2	60.9

分析元素：	Nb			计量单位：	
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
2_2	43.3	44.9	36.9	22.2	61.5
2_3	42.6	46.9	34.2	23.0	60.8
2_4	45.2	43.7	34.2	22.9	59.1
3_1	45.2	46.3	39.0	24.0	62.6
3_2	46.0	44.2	37.8	25.0	59.9
3_3	46.1	46.5	38.8	23.8	62.9
3_4	46.9	45.4	38.9	24.2	63.5
4_1	45.1	46.3	37.3	23.8	61.5
4_2	46.8	47.2	36.5	24.1	62.3
4_3	47.2	46.5	38.2	23.7	62.7
4_4	45.5	47.1	37.3	24.6	61.9
5_1	42.3	42.4	32.3	24.8	65.5
5_2	44.2	40.8	31.6	24.3	63.3
5_3	44.0	39.5	33.0	24.5	63.3
5_4	43.3	40.8	32.6	25.8	62.3
6_1	36.6	37.8	30.1	20.1	52.5
6_2	38.4	38.4	32.3	20.3	51.0
6_3	35.5	37.6	31.4	20.9	52.2
6_4	37.8	40.0	31.3	20.9	52.1
7_1	54.4*	52.4	41.3	25.2	75.2*
7_2	49.0*	55.6	43.6	25.8	70.1*
7_3	51.7*	52.0	43.3	24.3	67.2*
7_4	54.8*	55.2	41.3	25.4	72.5*
8_1	49.2	49.1	41.3	26.1	67.1
8_2	48.9	49.5	38.4	25.2	66.3
8_3	51.1	48.9	41.0	26.6	64.6
8_4	50.1	48.5	39.4	26.7	68.4
9_1	42.0	40.9	37.0	20.1	58.4
9_2	41.5	41.6	37.0	20.2	54.0
9_3	45.8	38.0	37.6	19.7	58.8
9_4	45.4	42.0	38.8	20.0	58.1
10_1	39.5	38.5	33.5	21.5	51.4
10_2	40.1	39.7	30.0	19.2*	53.7
10_3	42.0	40.4	33.3	20.9*	53.0
10_4	39.0	40.9	32.8	21.8*	52.5
11_1	42.7	41.2	34.1	22.2*	54.8
11_2	42.2	40.8	33.6	22.5	53.5
11_3	42.1	41.3	34.7	22.7	54.4
11_4	42.2	40.2	33.9	22.3	54.7
12_1	48.1	47.6	40.1**	24.2	63.3
12_2	49.9	47.7	40.1**	26.4	66.6

分析元素:	Nb			计量单位: ug/g	
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
12_3	49.8	50.1	40.3**	27.9	63.9
12_4	49.2	49.8	38.2**	26.4	64.3

表 44 Nb 准确度协作试验数据统计表

样品/水平	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
参加实验室数目	12	12	12	12	12
有效实验室数目	12	12	12	11	12
总平均值 (μg/g)	45.0	44.7	36.6	23.2	60.7
标准推荐值(μg/g)	-	-	-	-	-
相对误差 (RE%)	-	-	-	-	-
重复性标准差 (S_r)	1.345	1.169	1.027	0.570	1.577
再现性标准差 (S_R)	4.423	4.737	3.592	2.126	5.935
重复性限 (r)	3.766	3.272	2.875	1.597	4.414
再现性限 (R)	12.384	13.263	10.058	5.952	16.618
$\gamma=S_R/S_r$	3.29	4.05	3.50	3.73	3.76
$A=1.96f$	0.55	0.55	0.55	0.57	0.55
测量方法偏倚 δ	-	-	-	-	-
$\delta-AS_R$	-	-	-	-	-
$\delta+AS_R$	-	-	-	-	-

表 45 Mo 准确度协作试验数据汇总表

分析元素:	Mo			计量单位: ug/g	
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
1_1	0.44	0.48	0.64	1.12	1.01
1_2	0.42	0.44	0.60	1.16	1.01
1_3	0.41	0.44	0.68	1.13	1.05
1_4	0.41	0.45	0.62	1.16	1.05
2_1	0.50	0.50	0.75	1.15	0.98
2_2	0.52	0.48	0.80	1.20	0.95
2_3	0.51	0.50	0.70	1.18	0.93
2_4	0.53	0.51	0.79	1.25	0.97
3_1	0.28	0.26	0.52	0.93**	1.14
3_2	0.31	0.20	0.57	1.01**	1.01
3_3	0.21	0.29	0.45	0.95**	1.01
3_4	0.28	0.29	0.63	1.34**	1.04
4_1	0.43	0.47	0.67	1.09	1.07
4_2	0.42	0.48	0.62	1.12	1.06
4_3	0.44	0.44	0.68	1.14	1.09
4_4	0.41	0.45	0.63	1.08	1.11
5_1	0.41	0.41	0.59	0.95	1.14

分析元素:	Mo			计量单位:	ug/g
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
5_2	0.42	0.45	0.57	0.99	1.09
5_3	0.41	0.43	0.57	0.98	1.14
5_4	0.40	0.43	0.59	0.94	1.17
6_1	0.24	0.27	0.49	0.99	1.12
6_2	0.22	0.26	0.43	0.90	1.01
6_3	0.24	0.22	0.44	0.85	0.98
6_4	0.23	0.23	0.46	0.91	0.98
7_1	0.12	0.08	0.29	1.01	2.29**
7_2	0.13	0.07	0.29	1.09	2.23**
7_3	0.15	0.07	0.30	1.01	2.36**
7_4	0.14	0.08	0.28	1.05	2.21**
8_1	0.19	0.17	0.43	0.92	1.05
8_2	0.20	0.17	0.40	0.89	0.98
8_3	0.19	0.17	0.43	0.90	0.98
8_4	0.19	0.18	0.42	0.92	1.07
9_1	0.34**	0.33	0.35	0.74	0.93
9_2	0.35**	0.34	0.36	0.65	0.92
9_3	0.36**	0.33	0.47	0.66	0.98
9_4	0.60**	0.27	0.47	0.80	0.95
10_1	0.34	0.29	0.58	0.97	1.03
10_2	0.33	0.35	0.58	0.88	1.08
10_3	0.35	0.35	0.49	0.87	1.07
10_4	0.39	0.28	0.49	0.95	1.09
11_1	0.39	0.32	0.48	0.94	1.05
11_2	0.37	0.33	0.48	0.98	1.05
11_3	0.38	0.34	0.49	0.99	1.01
11_4	0.38	0.33	0.50	0.96	1.01
12_1	0.25	0.29	0.45	0.99	1.04
12_2	0.26	0.25	0.48	1.03	1.12
12_3	0.25	0.23	0.47	0.97	1.09
12_4	0.25	0.24	0.49	0.99	1.17

表 46 Mo 准确度协作试验数据统计表

样品/水平	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
参加实验室数目	12	12	12	12	12
有效实验室数目	11	12	12	11	11
总平均值 (μg/g)	0.33	0.32	0.52	0.99	1.04
标准推荐值(μg/g)	-	-	-	-	-
相对误差 (RE%)	-	-	-	-	-
重复性标准差 (S_r)	0.018	0.024	0.039	0.040	0.040
再现性标准差 (S_R)	0.118	0.128	0.130	0.138	0.067

重复性限 (r)	0.050	0.066	0.110	0.111	0.113
再现性限 (R)	0.330	0.359	0.365	0.385	0.188
$\gamma=S_R/S_r$	6.64	5.41	3.32	3.48	1.66
$A=1.96f$	0.59	0.56	0.55	0.57	0.50
测量方法偏倚 δ	-	-	-	-	-
$\delta-AS_R$	-	-	-	-	-
$\delta+AS_R$	-	-	-	-	-

表 47 In 准确度协作试验数据汇总表

分析元素:	In			计量单位:	ug/g
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
1_1	0.16	0.19	0.050	0.24	0.061
1_2	0.16	0.19	0.050	0.24	0.064
1_3	0.15	0.18	0.050	0.23	0.056
1_4	0.15	0.18	0.060	0.22	0.061
2_1	0.20	0.21	0.070*	0.25	0.060
2_2	0.21	0.22	0.060*	0.24	0.050
2_3	0.20	0.21	0.050*	0.24	0.040
2_4	0.21	0.20	0.060*	0.24	0.050
3_1	0.13	0.14	0.033	0.19	0.053
3_2	0.12	0.13	0.036	0.18	0.053
3_3	0.12	0.14	0.033	0.19	0.051
3_4	0.13	0.12	0.033	0.20	0.058
4_1	0.16	0.19	0.053	0.22	0.057
4_2	0.16	0.18	0.057	0.23	0.062
4_3	0.16	0.18	0.056	0.22	0.064
4_4	0.17	0.18	0.051	0.22	0.063
5_1	0.11	0.11	0.028	0.28	0.049
5_2	0.11	0.11	0.027	0.28	0.051
5_3	0.11	0.11	0.027	0.27	0.051
5_4	0.11	0.12	0.027	0.27	0.053
6_1	0.17	0.17	0.042	0.23	0.082
6_2	0.17	0.17	0.040	0.22	0.080
6_3	0.19	0.18	0.048	0.24	0.085
6_4	0.17	0.17	0.039	0.22	0.077
7_1	0.17	0.15	0.061	0.34	0.093
7_2	0.17	0.16	0.064	0.35	0.090
7_3	0.19	0.16	0.060	0.35	0.098
7_4	0.17	0.15	0.067	0.36	0.095
8_1	0.14	0.12	0.041	0.21	0.058
8_2	0.14	0.14	0.037	0.20	0.065
8_3	0.14	0.12	0.040	0.21	0.074
8_4	0.14	0.14	0.034	0.22	0.063

分析元素：	In			计量单位：ug/g	
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
9_1	0.12	0.12	0.050	0.18	0.069
9_2	0.12	0.12	0.046	0.17	0.073
9_3	0.13	0.12	0.045	0.17	0.071
9_4	0.12	0.12	0.050	0.18	0.066
10_1	0.16	0.15	0.036	0.29	0.064
10_2	0.17	0.18	0.048	0.27	0.060
10_3	0.17	0.17	0.035	0.27	0.058
10_4	0.17	0.18	0.042	0.30	0.063
11_1	0.16	0.15	0.038	0.25	0.071
11_2	0.17	0.15	0.037	0.26	0.073
11_3	0.16	0.15	0.036	0.27	0.076
11_4	0.17	0.16	0.037	0.26	0.075
12_1	0.15	0.15	0.036	0.23	0.061
12_2	0.15	0.15	0.039	0.24	0.071
12_3	0.15	0.15	0.037	0.23	0.067
12_4	0.14	0.15	0.034	0.23	0.071

表 48 In 准确度协作试验数据统计表

样品/水平	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
参加实验室数目	12	12	12	12	12
有效实验室数目	12	12	12	12	12
总平均值 (μg/g)	0.15	0.16	0.044	0.24	0.066
标准推荐值(μg/g)	-	-	-	-	-
相对误差 (RE%)	-	-	-	-	-
重复性标准差 (S_r)	0.006	0.007	0.004	0.008	0.004
再现性标准差 (S_R)	0.027	0.030	0.012	0.047	0.013
重复性限 (r)	0.017	0.021	0.011	0.023	0.012
再现性限 (R)	0.076	0.084	0.032	0.132	0.037
$\gamma=S_R/S_r$	4.53	4.04	2.94	5.69	3.17
$A=1.96f$	0.56	0.55	0.54	0.56	0.54
测量方法偏倚 δ	-	-	-	-	-
$\delta-AS_R$	-	-	-	-	-
$\delta+AS_R$	-	-	-	-	-

表 49 Cs 准确度协作试验数据汇总表

分析元素：	Cs			计量单位：ug/g	
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
1_1	17.2	17.9	5.74	153	11.9
1_2	17.5	17.8	5.70	144	11.5
1_3	17.4	17.4	5.62	151	12.2

分析元素：	Cs			计量单位：	ug/g
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
1_4	17.2	17.3	5.67	152	11.2
2_1	18.6	16.5	5.42	150	10.3**
2_2	18.0	16.2	5.40	152	10.0**
2_3	17.6	15.8	5.56	154	10.2**
2_4	17.0	16.3	5.64	148	10.6**
3_1	17.4	17.5	5.89	145	11.5
3_2	17.2	17.0	5.87	146	11.7
3_3	17.3	17.2	5.74	146	11.6
3_4	18.3	17.2	5.75	149	11.7
4_1	17.6	17.4	5.82	147	12.3
4_2	17.3	17.5	5.75	150	12.5
4_3	17.4	17.1	5.83	151	11.9
4_4	17.2	17.3	5.62	144	11.7
5_1	19.2*	18.7	5.59	156	12.2
5_2	20.0*	18.0	5.86	153	12.1
5_3	19.7*	17.6	5.74	153	12.0
5_4	19.0*	18.1	5.85	158	11.5
6_1	16.8	17.0*	5.61	141	11.2**
6_2	15.8	15.3*	4.95	130	10.6**
6_3	16.3	16.2*	5.29	135	10.8**
6_4	16.5	16.6*	5.26	138	10.9**
7_1	18.1	17.7	5.44	135	12.0
7_2	17.2	17.6	5.79	147	12.2
7_3	17.1	17.5	5.61	142	12.0
7_4	17.3	17.4	5.49	141	11.9
8_1	24.4**	18.5	6.04**	143	11.8*
8_2	21.8**	17.8	5.50**	143	11.7*
8_3	26.3**	17.6	6.50**	146	13.1*
8_4	26.5**	18.8	6.36**	150	11.6*
9_1	16.3	16.6	5.21	137	11.7
9_2	16.3	16.0	5.02	137	11.2
9_3	16.2	15.7	5.23	140	11.7
9_4	16.3	16.0	5.28	135	11.1
10_1	17.0	16.8	5.40	141	11.6
10_2	16.8	16.7	5.17	149	11.6
10_3	16.8	16.7	5.39	144	11.4
10_4	16.7	16.8	5.26	143	11.6
11_1	17.3	17.0	5.14	139	11.8
11_2	17.8	17.0	5.20	141	11.5
11_3	17.1	16.7	5.30	138	11.7
11_4	17.4	16.9	5.24	142	11.8

分析元素：	Cs			计量单位：ug/g	
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
12_1	16.9	16.5	5.47	141	11.6
12_2	17.3	16.8	5.55	147	11.9
12_3	17.3	17.0	5.45	146	11.2
12_4	17.1	17.2	5.32	144	11.7

表 50 Cs 准确度协作试验数据统计表

样品/水平	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
参加实验室数目	12	12	12	12	12
有效实验室数目	11	12	11	12	10
总平均值 (μg/g)	17.4	17.1	5.50	145	11.8
标准推荐值(μg/g)	16.7	16.8	5.2	140	11.9
相对误差 (RE%)	3.95	1.71	5.83	3.53	-1.07
重复性标准差 (S_r)	0.369	0.362	0.129	3.237	0.341
再现性标准差 (S_R)	0.909	0.769	0.257	6.323	0.380
重复性限 (r)	1.033	1.014	0.361	9.064	0.955
再现性限 (R)	2.545	2.154	0.721	17.706	1.063
$\gamma = S_R / S_r$	2.46	2.12	2.00	1.95	1.11
$A = 1.96f$	0.55	0.52	0.53	0.51	0.39
测量方法偏倚 δ	0.66	0.29	0.30	4.94	-0.13
$\delta - AS_R$	0.16	-0.11	0.17	1.73	-0.28
$\delta + AS_R$	1.16	0.68	0.44	8.14	0.02

表 51 La 准确度协作试验数据汇总表

分析元素：	La			计量单位：ug/g	
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
1_1	17.2	99.7	2435	2167	2037
1_2	16.8	95.4	2415	2175	2070
1_3	17.3	95.5	2408	2159	2054
1_4	17.7	99.3	2409	2186	2024
2_1	16.4	92.5	2406	2135	1973
2_2	15.9	91.3	2425	2101	2032
2_3	15.8	94.6	2410	2190	2042
2_4	16.1	92.1	2436	2165	2035
3_1	18.0	94.8	2400	2129	1942
3_2	17.3	90.9	2316	2060	1922
3_3	17.8	96.0	2365	2059	1914
3_4	17.5	92.2	2343	2109	1997
4_1	16.7	94.5	2453	2132	2063
4_2	17.2	95.6	2467	2168	2072
4_3	16.8	97.3	2435	2147	2081

分析元素：	La			计量单位：	ug/g
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
4_4	17.3	96.2	2451	2163	2057
5_1	15.6	86.4	2365	2278	1949
5_2	15.4	83.9	2339	2394	1952
5_3	15.5	80.1	2319	2288	1911
5_4	15.3	84.1	2328	2276	1904
6_1	15.5	90.5	2439	2237	1986
6_2	15.8	90.1	2382	2164	1921
6_3	15.7	92.3	2496	2145	1946
6_4	17.3	90.3	2346	2159	1889
7_1	116**	181**	2575	2211	2067**
7_2	115**	180**	2742	2397	1918**
7_3	114**	180**	2653	2260	1802**
7_4	115**	181**	2574	2297	2095**
8_1	17.9	98.0	2813	2409	2126
8_2	17.2	99.7	2677	2374	2096
8_3	18.5	98.3	2793	2467	2106
8_4	18.2	98.8	2740	2480	2109
9_1	16.0	87.6	2705	2350	2107
9_2	15.3	82.0	2708	2387	2100
9_3	15.5	81.1	2608	2381	2186
9_4	16.2	82.9	2707	2371	2111
10_1	17.6	94.6	2378	2170	1996
10_2	18.0	89.2	2350	2064	1871
10_3	17.9	90.7	2411	2071	1963
10_4	18.2	93.2	2373	2151	1941
11_1	16.3	90.6	2430	2210	1930
11_2	16.2	90.4	2410	2200	1960
11_3	16.1	90.2	2430	2200	2000
11_4	16.0	90.2	2420	2190	1980
12_1	16.4	90.7	2673	2230	2085
12_2	17.1	92.5	2663	2332	2171
12_3	17.0	94.1	2627	2300	2042
12_4	16.7	94.7	2592	2294	2133

表 52 La 准确度协作试验数据统计表

样品/水平	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
参加实验室数目	12	12	12	12	12
有效实验室数目	11	11	12	12	11
总平均值 (μg/g)	16.7	91.9	2493	2229	2018
标准推荐值(μg/g)	17.1	94.0	2362	2130	2000
相对误差 (RE%)	-2.15	-2.20	5.52	4.64	0.89

重复性标准差 (S_r)	0.399	1.912	41.930	42.680	35.498
再现性标准差 (S_R)	0.956	5.189	148.005	113.996	83.234
重复性限 (r)	1.118	5.355	117.404	119.504	99.394
再现性限 (R)	2.676	14.530	414.415	319.188	233.055
$\gamma=S_R/S_r$	2.39	2.71	3.53	2.67	2.34
$A=1.96f$	0.55	0.56	0.55	0.54	0.55
测量方法偏倚 δ	-0.37	-2.07	130.50	98.79	17.86
$\delta \cdot AS_R$	-0.89	-4.97	49.32	37.78	-27.85
$\delta + AS_R$	0.16	0.84	211.68	159.81	63.57

表 53 Ce 准确度协作试验数据汇总表

分析元素:	Ce			计量单位:	ug/g
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
1_1	17.3	27.9	182	172	441
1_2	17.4	28.1	186	176	429
1_3	17.4	28.2	180	181	442
1_4	18.1	29.3	188	175	424
2_1	17.9	30.6	197	176	426
2_2	18.4	27.9	186	178	435
2_3	16.6	29.0	193	182	432
2_4	16.5	30.7	190	172	430
3_1	20.3	28.4	190	182	388**
3_2	19.2	26.6	183	178	388**
3_3	19.0	28.5	185	182	388**
3_4	18.6	27.3	189	184	392**
4_1	17.1	28.3	183	177	436
4_2	16.9	29.2	185	174	440
4_3	18.3	28.5	188	180	425
4_4	17.6	27.8	182	172	435
5_1	15.8	24.9	159**	166	379**
5_2	16.1	24.1	150**	166	388**
5_3	16.2	24.4	157**	160	371**
5_4	16.9	25.7	160**	161	382**
6_1	16.7	25.6	183	175	408**
6_2	16.7	24.0	178	169	380**
6_3	15.9	23.6	177	161	362**
6_4	15.5	22.0	179	174	389**
7_1	17.7	27.8	181	176	421
7_2	17.5	27.5	196	181	429
7_3	16.8	27.2	190	175	413
7_4	17.5	27.7	184	178	437
8_1	18.5	28.2	190	178	436
8_2	17.9	28.8	186	181	429

分析元素：	Ce			计量单位：	ug/g
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
8_3	19.9	27.9	205	190	428
8_4	19.5	29.1	192	186	431
9_1	18.0	29.0	187	178	432
9_2	17.5	27.0	184	182	434
9_3	17.9	26.4	181	180	433
9_4	17.7	27.2	188	179	431
10_1	18.2	29.2	187	172	445
10_2	17.7	27.3	186	178	449
10_3	17.4	27.2	188	183	441
10_4	17.3	27.4	184	185	454
11_1	19.2	25.6	176	170	420
11_2	18.8	25.8	174	164	423
11_3	19.1	25.0	174	163	422
11_4	18.9	25.5	176	165	420
12_1	17.1	27.2	195	181	427
12_2	18.5	27.3	197	187	447
12_3	18.0	27.6	196	185	421
12_4	17.8	28.0	190	185	441

表 54 Ce 准确度协作试验数据统计表

样品/水平	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
参加实验室数目	12	12	12	12	12
有效实验室数目	12	12	11	12	9
总平均值 (μg/g)	17.7	27.2	186	176	432
标准推荐值(μg/g)	17.7	28.3	187	170	430
相对误差 (RE%)	0.14	-3.75	-0.45	3.62	0.51
重复性标准差 (S_r)	0.585	0.858	4.217	3.968	6.942
再现性标准差 (S_R)	1.097	1.846	6.824	7.590	9.359
重复性限 (r)	1.637	2.403	11.807	11.110	19.438
再现性限 (R)	3.071	5.168	19.107	21.252	26.206
$\gamma=S_R/S_r$	1.88	2.15	1.62	1.91	1.35
$A=1.96f$	0.50	0.52	0.50	0.50	0.50
测量方法偏倚 δ	0.02	-1.06	-0.84	6.15	2.19
$\delta-AS_R$	-0.53	-2.02	-4.25	2.32	-2.49
$\delta+AS_R$	0.58	-0.10	2.57	9.97	6.88

表 55 Pr 准确度协作试验数据汇总表

分析元素：	Pr			计量单位：	ug/g
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
1_1	5.45	36.5	473	530	769

分析元素：	Pr			计量单位：	ug/g
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
1_2	5.44	36.5	482	550	769
1_3	5.50	37.0	458	562	753
1_4	5.26	37.9	461	538	758
2_1	4.96	36.4	450	556	736
2_2	4.86	35.7	453	553	730
2_3	5.04	35.4	448	554	735
2_4	4.92	38.6	455	557	732
3_1	5.87	38.8	477	529	752
3_2	5.56	37.3	467	521	737
3_3	5.45	39.8	469	520	739
3_4	5.44	38.4	469	526	758
4_1	5.52	35.3	483	533	758
4_2	5.41	36.4	468	525	749
4_3	5.51	37.1	488	544	753
4_4	5.32	36.5	473	528	747
5_1	4.90	37.8	456	550	744
5_2	4.71	39.1	446	580	749
5_3	4.50	38.6	452	584	776
5_4	4.40	38.5	437	560	788
6_1	5.03	36.7	489	552	778
6_2	4.69	34.8	446	509	770
6_3	4.69	37.0	473	527	736
6_4	4.84	36.4	449	507	759
7_1	5.37	40.3	499	544	783
7_2	5.15	39.0	502	552	795
7_3	5.15	39.1	509	537	784
7_4	5.17	39.9	489	544	788
8_1	5.28	40.6	538	572	800
8_2	5.08	40.3	513	570	779
8_3	5.53	40.5	549	588	782
8_4	5.42	40.0	512	594	781
9_1	4.52	34.5	465	540	756
9_2	4.38	33.0	471	546	758
9_3	4.52	32.1	472	545	775
9_4	4.56	33.0	484	536	757
10_1	5.12	38.0	455	553	749
10_2	5.08	40.1	431	563	734
10_3	4.97	39.8	447	557	721
10_4	4.95	40.5	455	562	719
11_1	4.60	34.3	444	523	712
11_2	4.62	35.6	450	526	710

分析元素：	Pr			计量单位：ug/g	
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
11_3	4.65	34.1	459	520	714
11_4	4.61	34.7	451	519	710
12_1	5.13	39.5	527	552	810
12_2	5.33	39.9	528	577	803
12_3	5.28	40.9	521	572	796
12_4	5.23	41.0	514	571	827

表 56 Pr 准确度协作试验数据统计表

样品/水平	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
参加实验室数目	12	12	12	12	12
有效实验室数目	12	12	12	12	12
总平均值 (μg/g)	5.06	37.6	475	547	759
标准推荐值(μg/g)	5.2	37.2	446	550	730
相对误差 (RE%)	-2.66	0.99	6.53	-0.54	3.93
重复性标准差 (S _r)	0.133	0.870	10.812	10.553	11.399
再现性标准差 (S _R)	0.380	2.418	29.369	21.583	28.698
重复性限 (r)	0.372	2.435	30.273	29.548	31.916
再现性限 (R)	1.064	6.769	82.233	60.432	80.353
$\gamma=S_R/S_r$	2.86	2.78	2.72	2.05	2.52
A=1.96f	0.54	0.54	0.54	0.51	0.53
测量方法偏倚 δ	-0.14	0.37	29.15	-2.96	28.71
δ-AS _R	-0.34	-0.93	13.40	-14.02	13.46
δ+AS _R	0.07	1.67	44.90	8.10	43.95

表 57 Nd 准确度协作试验数据汇总表

分析元素：	Nd			计量单位：ug/g	
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
1_1	22.9	191	1627	2076	3461
1_2	22.9	191	1668	2112	3457
1_3	23.3	194	1636	2072	3455
1_4	24.0	198	1610	2038	3429
2_1	22.4	193	1540	1988	3259
2_2	22.0	187	1580	1994	3280
2_3	23.8	184	1590	1998	3308
2_4	21.1	192	1598	1964	3305
3_1	26.5*	195	1615	1950	3253
3_2	25.6*	189	1609	1951	3193
3_3	26.1*	198	1625	1937	3249
3_4	24.9*	193	1602	1950	3282
4_1	22.8	189	1658	2132	3472

分析元素：	Nd			计量单位：	ug/g
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
4_2	22.6	191	1679	2143	3483
4_3	23.5	195	1643	2089	3485
4_4	24.7	196	1667	2119	3477
5_1	23.0	195	1553	2078**	3265*
5_2	23.5	196	1610	2292**	3163*
5_3	22.8	189	1559	2202**	3116*
5_4	22.0	189	1630	2119**	3087*
6_1	23.8	182*	1631	1994	3319
6_2	22.0	167*	1636	2048	3269
6_3	22.5	186*	1641	1983	3285
6_4	23.6	185*	1649	2068	3267
7_1	29.7*	204	1651	2068	3517
7_2	29.5*	204	1784	2040	3485
7_3	28.2*	204	1746	2062	3547
7_4	29.4*	204	1685	2096	3551
8_1	23.0	162*	1420*	1669**	2680*
8_2	22.3	164*	1384*	1630**	2689*
8_3	24.1	160*	1439*	1687**	2715*
8_4	24.3	161*	1368*	1718**	2673*
9_1	23.4	193	1571	2162	3609
9_2	21.3	193	1592	2171	3534
9_3	22.5	192	1611	2131	3697
9_4	22.0	183	1646	2159	3631
10_1	23.8*	191	1569	2123	3415
10_2	27.7*	198	1681	2111	3293
10_3	24.7*	193	1581	2078	3467
10_4	23.5*	187	1598	2077	3435
11_1	21.2	180	1540*	1990	3310
11_2	21.7	184	1540*	1970	3300
11_3	21.7	183	1560*	2000	3380
11_4	21.4	184	1520*	1960	3340
12_1	23.6	202	1702	2119	3536
12_2	24.6	207	1705	2181	3603
12_3	24.9	205	1693	2155	3488
12_4	24.0	206	1653	2134	3558

表 58 Nd 准确度协作试验数据统计表

样品/水平	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
参加实验室数目	12	12	12	12	12
有效实验室数目	12	12	12	10	12
总平均值 (μg/g)	23.9	190	1606	2060	3335

标准推荐值(μg/g)	23.7	189	1595	2060	3400
相对误差 (RE%)	0.63	0.41	0.70	-0.01	-1.92
重复性标准差 (S_r)	0.925	4.104	31.783	24.218	44.714
再现性标准差 (S_R)	2.205	11.890	84.884	76.060	248.127
重复性限 (r)	2.589	11.490	88.993	67.811	125.200
再现性限 (R)	6.175	33.291	237.675	212.967	694.754
$\gamma=S_R/S_r$	2.39	2.90	2.67	3.14	5.55
$A=1.96f$	0.53	0.54	0.54	0.60	0.56

表 59 Sm 准确度协作试验数据汇总表

分析元素:	Sm			计量单位: ug/g	
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
1_1	13.4	131	297	611	1761
1_2	13.5	130	288	617	1766
1_3	13.3	133	292	603	1742
1_4	14.4	137	291	604	1728
2_1	12.9	136	287	582	1630
2_2	13.6	132	286	578	1618
2_3	14.6	134	289	587	1604
2_4	14.0	136	283	584	1606
3_1	16.5	128	296	586	1576
3_2	15.5	126	299	584	1551
3_3	15.0	131	295	591	1574
3_4	14.9	129	302	591	1601
4_1	13.4	132	288	606	1719
4_2	12.9	131	285	602	1732
4_3	14.7	135	288	598	1728
4_4	13.7	136	287	612	1711
5_1	13.0	122	248	557	1492
5_2	12.6	114	256	569	1480
5_3	12.6	118	257	573	1446
5_4	13.1	123	257	570	1499
6_1	13.6	127*	272	590**	1553
6_2	12.6	113*	258	542**	1529
6_3	12.7	119*	279	556**	1540
6_4	12.5	116*	261	549**	1520
7_1	14.0	136	290	599	1736
7_2	14.2	136	310	612	1738
7_3	13.9	136	297	609	1752
7_4	14.2	137	292	596	1753
8_1	15.4	145	332	659*	1746
8_2	14.7	145	313	659*	1722
8_3	15.7	141	333	670*	1737

分析元素:	Sm			计量单位: ug/g	
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
8_4	15.7	144	311	679*	1735
9_1	13.4	129	270	583	1814
9_2	13.1	133	269	586	1801
9_3	13.5	126	272	593	1862
9_4	13.6	126	282	590	1840
10_1	13.5	125	274	561	1701
10_2	14.0	132	296	563	1699
10_3	13.3	130	281	548	1676
10_4	14.1	128	299	582	1662
11_1	13.2	124	278	562	1660
11_2	13.2	126	273	566	1620
11_3	13.1	124	274	565	1640
11_4	13.2	125	271	560	1690
12_1	13.8	131	295	591	1704*
12_2	14.3	132	300	619	1784*
12_3	14.3	135	296	609	1679*
12_4	14.0	135	290	609	1732*

表 60 Sm 准确度协作试验数据统计表

样品/水平	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
参加实验室数目	12	12	12	12	12
有效实验室数目	12	12	12	11	12
总平均值 (μg/g)	13.8	130	286	595	1671
标准推荐值(μg/g)	13.5	129	285	570	1700
相对误差 (RE%)	2.53	0.94	0.43	4.37	-1.73
重复性标准差 (S_r)	0.475	2.963	6.906	7.788	22.187
再现性标准差 (S_R)	0.941	7.546	18.447	30.209	103.690
重复性限 (r)	1.330	8.296	19.336	21.808	62.124
再现性限 (R)	2.635	21.129	51.653	84.584	290.331
$\gamma=S_R/S_r$	1.98	2.55	2.67	3.88	4.67
$A=1.96f$	0.51	0.53	0.54	0.58	0.56
测量方法偏倚 δ	0.15	0.77	11.15	-0.18	-65.17
$\delta-AS_R$	-1.01	-5.65	-34.29	-45.49	-203.84
$\delta+AS_R$	1.31	7.19	56.58	45.14	73.50

表 61 Eu 准确度协作试验数据汇总表

分析元素:	Eu			计量单位: ug/g	
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
1_1	0.32	1.48	66.3	8.00	19.1
1_2	0.30	1.31	66.8	8.03	19.1

分析元素：	Eu			计量单位：	ug/g
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
1_3	0.33	1.32	67.0	8.25	18.2
1_4	0.33	1.34	67.9	7.81	19.1
2_1	0.28	1.34*	65.1	8.12	17.6
2_2	0.28	1.53*	65.1	8.24	17.8
2_3	0.27	1.58*	67.2	8.16	18.1
2_4	0.27	1.40*	64.8	8.09	18.0
3_1	0.34	1.28	72.6	8.04	19.6
3_2	0.28	1.30	71.4	7.73	19.5
3_3	0.31	1.27	72.1	8.06	19.9
3_4	0.31	1.25	71.9	7.91	20.0
4_1	0.32	1.33	65.8	7.95	18.5
4_2	0.33	1.35	66.7	8.03	18.7
4_3	0.30	1.47	65.4	7.88	18.9
4_4	0.31	1.45	64.9	8.12	18.1
5_1	0.26	1.11	54.4	6.79	15.9
5_2	0.26	1.12	57.8	7.35	16.1
5_3	0.26	1.09	56.5	7.39	16.4
5_4	0.27	1.14	55.3	7.07	16.4
6_1	0.31	1.41	69.1	8.08	20.7
6_2	0.30	1.23	65.5	7.90	20.7
6_3	0.28	1.24	67.3	7.61	19.7
6_4	0.32	1.27	65.5	7.79	20.0
7_1	0.33	1.29	69.2	7.72	19.5
7_2	0.33	1.23	70.3	8.02	19.1
7_3	0.30	1.29	69.0	7.69	19.2
7_4	0.29	1.29	67.9	7.73	19.3
8_1	0.30	1.34	76.3	8.26	19.4
8_2	0.30	1.36	73.0	8.39	19.5
8_3	0.30	1.41	77.6	8.24	19.5
8_4	0.31	1.33	73.4	8.42	19.5
9_1	0.32	1.39	71.5	8.41	20.9
9_2	0.31	1.39	71.3	8.53	20.6
9_3	0.34	1.33	72.4	8.30	21.1
9_4	0.33	1.34	74.3	8.31	21.3
10_1	0.31	1.34	63.9	8.23	19.8
10_2	0.29	1.32	64.2	7.99	20.1
10_3	0.28	1.30	63.7	7.77	19.6
10_4	0.28	1.33	62.1	8.29	20.2
11_1	0.30	1.31	62.3	7.79	16.4
11_2	0.29	1.30	62.9	7.72	16.3
11_3	0.30	1.30	61.4	7.83	16.7

分析元素：	Eu			计量单位：	ug/g
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
11_4	0.30	1.30	62.6	7.88	16.2
12_1	0.28	1.25	70.0	7.55	18.4
12_2	0.29	1.27	71.0	7.83	19.4
12_3	0.28	1.29	70.3	7.60	18.4
12_4	0.28	1.31	68.8	7.64	19.2

表 62 Eu 准确度协作试验数据统计表

样品/水平	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
参加实验室数目	12	12	12	12	12
有效实验室数目	12	12	12	12	12
总平均值 (μg/g)	0.30	1.32	67.1	7.93	18.9
标准推荐值(μg/g)	0.31	1.55	64.8	8.0	18.0
相对误差 (RE%)	-3.36	-15.03	3.58	-0.90	4.83
重复性标准差 (S_r)	0.013	0.055	1.212	0.160	0.324
再现性标准差 (S_R)	0.022	0.098	5.256	0.355	1.477
重复性限 (r)	0.038	0.153	3.394	0.448	0.908
再现性限 (R)	0.062	0.274	14.718	0.994	4.137
$\gamma=S_R/S_r$	1.65	1.80	4.34	2.22	4.56
$A=1.96f$	0.48	0.50	0.55	0.52	0.56
测量方法偏倚 δ	-0.01	-0.23	2.32	-0.07	0.87
$\delta-AS_R$	-0.02	-0.28	-0.59	-0.26	0.05
$\delta+AS_R$	0.00	-0.18	5.24	0.11	1.69

表 63 Gd 准确度协作试验数据汇总表

分析元素：	Gd			计量单位：	ug/g
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
1_1	28.1	229	229	739	2308
1_2	28.2	229	234	767	2216
1_3	28.0	232	236	777	2286
1_4	29.2	236	234	749	2218
2_1	29.7	248	225	782	2212
2_2	29.5	231	224	780	2206
2_3	29.6	234	222	783	2285
2_4	30.4	245	220	795	2264
3_1	32.3	246	238	831	2189
3_2	31.5	234	233	814	2125
3_3	32.1	240	237	813	2129
3_4	31.0	243	243	832	2191
4_1	28.2	224	225	756	2253
4_2	28.5	235	232	763	2279

分析元素：	Gd			计量单位：	ug/g
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
4_3	28.4	227	228	749	2235
4_4	27.9	237	224	779	2312
5_1	26.1	204	223	726	2122
5_2	25.3	208	239	683	2069
5_3	25.2	200	232	698	2064
5_4	25.9	197	227	726	2157
6_1	26.5	205	279*	746	2088
6_2	25.6	203	246*	720	2001
6_3	25.8	202	270*	732	2003
6_4	25.4	201	274*	720	2006
7_1	30.2	237	245	813	2362**
7_2	30.4	239	269	805	2202**
7_3	29.3	238	256	807	2070**
7_4	29.5	240	252	815	2290**
8_1	36.8*	289*	326**	979*	2503
8_2	34.6*	288*	309**	972*	2471
8_3	37.3*	289*	340**	973*	2480
8_4	37.8*	289*	322**	1016*	2503
9_1	28.9	229	236	806	2415
9_2	27.5	243	234	831	2365
9_3	28.4	225	238	827	2419
9_4	28.9	231	244	830	2405
10_1	30.9**	239	239	785**	2050
10_2	27.5**	227	229	792**	2126
10_3	30.7**	233	224	708**	2103
10_4	28.3**	222	230	777**	2059
11_1	29.1	226	232	780	2150
11_2	29.4	222	228	778	2120
11_3	28.4	220	232	772	2140
11_4	29.5	224	235	780	2170
12_1	29.4	235	271	847	2222
12_2	30.5	238	275	861	2325
12_3	30.3	242	272	826	2185
12_4	30.0	242	267	855	2262

表 64 Gd 准确度协作试验数据统计表

样品/水平	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
参加实验室数目	12	12	12	12	12
有效实验室数目	11	12	11	11	11
总平均值 (μg/g)	29.4	233	241	801	2220
标准推荐值(μg/g)	28.1	234	226	790	2200

相对误差 (RE%)	4.71	-0.31	6.42	1.36	0.92
重复性标准差 (S_r)	0.640	5.039	6.633	13.720	38.319
再现性标准差 (S_R)	3.032	22.289	17.478	75.079	141.801
重复性限 (r)	1.792	14.110	18.573	38.417	107.294
再现性限 (R)	8.488	62.409	48.938	210.221	397.042
$\gamma=S_R/S_r$	4.74	4.42	2.63	5.47	3.70
$A=1.96f$	0.58	0.55	0.56	0.58	0.57
测量方法偏倚 δ	1.32	-0.73	14.50	10.75	20.25
$\delta-AS_R$	-0.44	-13.10	4.75	-33.06	-61.22
$\delta+AS_R$	3.08	11.64	24.25	54.56	101.72

表 65 Tb 准确度协作试验数据汇总表

分析元素:	Tb			计量单位:	ug/g
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
1_1	6.89	48.1	34.5	164	501
1_2	6.99	48.2	35.6	167	473
1_3	6.94	48.7	34.0	169	501
1_4	7.18	49.4	33.8	165	472
2_1	7.25	47.3	33.9	173	478
2_2	7.16	45.3	33.5	170	490
2_3	7.23	45.6	32.7	174	482
2_4	7.30	46.9	32.5	172	486
3_1	7.34	50.1	33.1	165	458
3_2	7.37	48.9	33.1	161	458
3_3	7.46	50.3	33.5	162	455
3_4	7.21	49.5	33.7	163	471
4_1	6.87	47.5	32.5	164	484
4_2	6.92	48.6	33.7	161	490
4_3	7.23	49.1	34.2	160	505
4_4	6.78	48.3	33.2	164	479
5_1	7.00	49.9	33.0	161	456
5_2	6.73	53.6	32.6	167	452
5_3	6.85	52.3	33.2	164	448
5_4	6.55	52.3	32.9	167	435
6_1	7.10*	50.6*	39.4*	172*	460
6_2	6.38*	46.0*	34.3*	152*	469
6_3	6.63*	48.0*	37.5*	162*	498
6_4	6.15*	45.1*	34.1*	154*	463
7_1	7.45	53.7	38.9**	172	523
7_2	7.36	53.6	38.2**	171	512
7_3	7.17	53.2	38.9**	171	509
7_4	7.32	54.4	37.8**	170	521
8_1	3.28**	22.3**	4.66**	63.4**	202**

分析元素：	Tb			计量单位： ug/g	
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
8_2	3.28**	21.7**	4.49**	62.7**	209**
8_3	3.43**	21.2**	4.35**	62.2**	214**
8_4	3.58**	20.9**	4.37**	61.8**	204**
9_1	6.81	47.4	32.4	156	515
9_2	6.68	49.9	32.5	158	513
9_3	6.71	47.0	33.1	162	518
9_4	6.66	47.5	34.1	158	512
10_1	7.37	50.9	35.1	162	457
10_2	7.19	50.7	32.7	169	466
10_3	7.20	49.3	34.2	163	454
10_4	7.09	48.1	35.2	165	472
11_1	6.60	45.5	33.5	154	455
11_2	6.71	46.7	34.3	152	454
11_3	6.65	46.1	34.4	155	456
11_4	6.72	45.2	34.5	154	460
12_1	7.54	53.3	34.8	158	507
12_2	7.54	52.8	35.1	169	526
12_3	7.48	55.5	34.3	165	499
12_4	7.33	56.4	34.1	166	515

表 66 Tb 准确度协作试验数据统计表

样品/水平	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
参加实验室数目	12	12	12	12	12
有效实验室数目	10	11	9	10	11
总平均值 (μg/g)	7.07	49.5	33.7	164	482
标准推荐值(μg/g)	7.0	49.1	34.6	160	470
相对误差 (RE%)	1.01	0.76	-2.58	2.55	2.55
重复性标准差 (S _r)	0.122	1.265	0.678	2.512	10.103
再现性标准差 (S _R)	0.305	3.060	0.886	5.831	25.964
重复性限 (r)	0.342	3.543	1.897	7.033	28.289
再现性限 (R)	0.855	8.569	2.480	16.326	72.700
$\gamma = S_R / S_r$	2.50	2.42	1.31	2.32	2.57
$A = 1.96f$	0.58	0.55	0.49	0.58	0.56
测量方法偏倚 δ	0.07	0.37	-0.89	4.07	12.00
δ-AS _R	-0.11	-1.32	-1.33	0.72	-2.45
δ+AS _R	0.25	2.06	-0.46	7.43	26.45

表 67 Dy 准确度协作试验数据汇总表

分析元素：	Dy			计量单位： ug/g	
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188

分析元素：	Dy			计量单位：	ug/g
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
1_1	47.0	320	183	1032	3253
1_2	46.7	324	186	1064	3142
1_3	46.6	324	179	1088	3233
1_4	48.4	312	176	1040	3185
2_1	51.3	325	186	1072	3135
2_2	50.4	320	180	1075	3165
2_3	50.2	318	182	1080	3150
2_4	51.7	322	179	1076	3145
3_1	50.8	332	182	1022	3022
3_2	51.9	325	184	1028	3003
3_3	52.5	330	183	1022	2951
3_4	50.6	330	187	1024	3041
4_1	46.3	325	185	1065	3215
4_2	47.7	334	188	1073	3173
4_3	46.5	316	184	1084	3238
4_4	47.2	328	182	1058	3165
5_1	50.8	336	171	1031	3038
5_2	51.7	311	175	972	3010
5_3	52.3	321	179	993	3067
5_4	54.4	321	177	1005	3101
6_1	49.9**	301	185**	1041	3279*
6_2	45.9**	303	156**	1028	3221*
6_3	50.4**	313	178**	984	3008*
6_4	52.5**	330	194**	1052	3196*
7_1	51.9	349**	188	1016	3257
7_2	51.0	347**	202	1006	3236
7_3	49.9	342**	196	1061	3265
7_4	51.7	345**	193	1044	3334
8_1	59.5*	397**	228**	1137*	3294
8_2	56.8*	399**	215**	1133*	3285
8_3	60.7*	392**	230**	1136*	3278
8_4	60.1*	391**	216**	1177*	3280
9_1	47.5	335	173	1048	3171
9_2	47.6	332	177	1057	3211
9_3	47.2	332	173	1055	3266
9_4	48.5	317	177	1035	3272
10_1	50.5	318	177	1136**	3342
10_2	49.8	327	190	1149**	3147
10_3	50.6	320	179	1050**	3335
10_4	50.6	317	192	1046**	3277
11_1	48.4	321	182	1070	3120

分析元素：	Dy			计量单位：ug/g	
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
11_2	49.4	325	183	1070	3140
11_3	47.1	322	187	1060	3110
11_4	49.0	325	185	1050	3160
12_1	52.0	348**	193	1015	3233
12_2	53.7	351**	195	1069	3383
12_3	53.1	362**	193	1050	3177
12_4	52.4	362**	191	1045	3291

表 68 Dy 准确度协作试验数据统计表

样品/水平	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
参加实验室数目	12	12	12	12	12
有效实验室数目	11	9	10	11	12
总平均值 (μg/g)	50.8	323	184	1053	3188
标准推荐值(μg/g)	49.1	314	183	1050	3200
相对误差 (RE%)	3.41	2.72	0.46	0.31	-0.39
重复性标准差 (S_r)	0.982	7.292	3.954	19.179	58.568
再现性标准差 (S_R)	3.594	8.256	7.227	41.404	103.513
重复性限 (r)	2.748	20.416	11.071	53.701	163.990
再现性限 (R)	10.064	23.118	20.235	115.932	289.835
$\gamma=S_R/S_r$	3.66	1.13	1.83	2.16	1.77
$A=1.96f$	0.57	0.42	0.55	0.54	0.49
测量方法偏倚 δ	1.67	8.56	0.85	3.25	-12.50
$\delta-AS_R$	-0.39	5.08	-3.09	-19.16	-63.55
$\delta+AS_R$	3.74	12.03	4.79	25.66	38.55

表 69 Ho 准确度协作试验数据统计表

分析元素：	Ho			计量单位：ug/g	
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
1_1	9.80	65.1	33.8	203	570
1_2	10.0	65.8	34.4	207	574
1_3	10.1	65.6	32.8	211	570
1_4	10.3	67.6	32.7	203	557
2_1	11.2	66.6	34.7	195	552
2_2	11.5	67.9	33.3	189	546
2_3	10.0	66.9	33.7	190	558
2_4	10.4	66.0	35.1	198	549
3_1	11.4	65.7	35.7	208	578
3_2	11.8	65.1	35.0	210	570
3_3	11.6	66.3	35.4	210	571
3_4	11.2	65.8	36.0	212	586

分析元素：	Ho			计量单位：	ug/g
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
4_1	10.3	66.4	33.8	211	563
4_2	10.5	65.3	34.7	220	574
4_3	9.87	67.2	33.2	215	548
4_4	10.1	64.7	34.3	209	559
5_1	10.6	66.8	31.3	196	539
5_2	10.9	67.1	32.9	196	547
5_3	11.4	68.8	32.1	188	556
5_4	11.8	69.0	31.8	187	552
6_1	11.5	63.1**	36.5**	217**	532
6_2	10.1	57.8**	34.8**	206**	515
6_3	10.6	65.3**	33.5**	194**	562
6_4	10.7	64.5**	30.8**	188**	540
7_1	10.8	67.2	35.4	197	571
7_2	10.7	67.3	34.0	199	574
7_3	10.4	67.2	34.3	198	571
7_4	10.7	68.4	34.0	195	587
8_1	13.3	82.9**	42.9**	233*	640
8_2	12.6	85.1**	40.4**	231*	634
8_3	13.5	81.5**	42.6**	232*	635
8_4	13.5	82.2**	41.3**	239*	629
9_1	10.5	65.2	32.6	198	605
9_2	10.4	68.4	31.9	199	606
9_3	10.5	64.3	32.5	202	624
9_4	10.7	65.2	32.7	195	622
10_1	12.1	70.9	35.7	204	567
10_2	12.2	70.8	36.3	200	561
10_3	12.1	68.7	37.1	203	565
10_4	12.0	69.4	35.1	209	568
11_1	11.9	69.3	33.7	205	535
11_2	11.7	68.7	34.3	207	536
11_3	11.0	69.2	34.8	196	542
11_4	11.8	69.8	36.2	204	540
12_1	11.2	71.1	35.8	202	596
12_2	11.5	73.1	36.4	210	627
12_3	11.7	73.2	35.8	206	587
12_4	11.3	73.0	35.3	203	613

表 70 Ho 准确度协作试验数据统计表

样品/水平	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
参加实验室数目	12	12	12	12	12
有效实验室数目	12	10	10	11	12

总平均值 (μg/g)	11.2	67.8	34.3	205	573
标准推荐值(μg/g)	10.5	65.5	35.7	<u>200</u>	<u>560</u>
相对误差 (RE%)	6.30	3.44	-4.02	2.56	2.32
重复性标准差 (S_r)	0.380	1.027	0.712	3.785	10.020
再现性标准差 (S_R)	0.948	2.427	1.493	12.097	31.900
重复性限 (r)	1.065	2.877	1.993	10.598	28.057
再现性限 (R)	2.655	6.797	4.182	33.871	89.319
$\gamma=S_R/S_r$	2.49	2.36	2.10	3.20	3.18
$A=1.96f$	0.53	0.58	0.56	0.57	0.54
测量方法偏倚 δ	0.66	2.25	-1.44	5.11	12.98
$\delta-AS_R$	0.16	0.85	-2.28	-1.77	-4.39
$\delta+AS_R$	1.16	3.65	-0.59	12.00	30.35

表 71 Er 准确度协作试验数据汇总表

分析元素:	Er			计量单位:	ug/g
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
1_1	29.7	189	100	587	1696
1_2	29.7	186	101	573	1657
1_3	30.9	182	105	586	1618
1_4	30.0	184	105	586	1716
2_1	30.9	186	95.7	596	1700
2_2	29.8	187	95.1	605	1682
2_3	30.5	182	96.7	602	1678
2_4	31.6	184	97.1	597	1632
3_1	34.7	194	95.1	573	1673
3_2	35.1	189	94.9	564	1650
3_3	35.3	192	96.0	572	1632
3_4	34.3	189	96.4	577	1677
4_1	29.6	184	102	575	1628
4_2	30.3	188	104	583	1679
4_3	31.2	182	105	587	1732
4_4	29.5	186	107	589	1688
5_1	33.5	201	90.2	565**	1592
5_2	32.6	193	94.5	505**	1631
5_3	32.5	200	90.3	531**	1700
5_4	32.7	200	90.7	540**	1695
6_1	31.2	187**	86.6*	571	1552
6_2	31.1	209**	88.3*	523	1513
6_3	32.2	192**	97.9*	544	1618
6_4	30.3	188**	90.1*	526	1531
7_1	35.3	214	101	587	1892
7_2	35.0	214	109	590	1809
7_3	34.3	214	106	584	1700

分析元素：	Er			计量单位：	ug/g
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
7_4	34.9	214	105	579	1826
8_1	40.9	245	124*	652*	1866
8_2	38.5	250	118*	652*	1834
8_3	41.2	245	125*	652*	1845
8_4	41.7	243	118*	665*	1859
9_1	34.0	214	97.1	579	1850
9_2	34.9	212	95.9	590	1835
9_3	34.1	205	95.8	581	1887
9_4	35.0	204	98.8	578	1875
10_1	36.3	203	94.3	610	1815
10_2	37.6	200	98.6	602	1841
10_3	37.1	202	94.8	603	1907
10_4	37.0	201	95.4	606	1867
11_1	33.4	196	98.4	576	1600
11_2	32.8	197	97.6	575	1610
11_3	31.2	198	98.4	572	1620
11_4	32.9	198	97.2	579	1610
12_1	35.5	213	103	562	1763
12_2	36.5	215	104	592	1859
12_3	36.2	222	103	581	1738
12_4	35.6	220	102	576	1800

表 72 Er 准确度协作试验数据统计表

样品/水平	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
参加实验室数目	12	12	12	12	12
有效实验室数目	12	11	12	11	12
总平均值 (μg/g)	33.8	203	100	587	1722
标准推荐值(μg/g)	31.8	192	96	590	1700
相对误差 (RE%)	6.20	5.55	4.27	-0.47	1.32
重复性标准差 (S _r)	0.731	2.927	2.478	8.980	42.120
再现性标准差 (S _R)	3.218	18.511	8.486	28.975	111.643
重复性限 (r)	2.047	8.196	6.938	25.145	117.935
再现性限 (R)	9.011	51.831	23.760	81.130	312.601
$\gamma=S_R/S_r$	4.40	6.32	3.42	3.23	2.65
A=1.96f	0.55	0.59	0.55	0.57	0.53
测量方法偏倚 δ	1.97	10.66	4.10	-2.75	22.46
δ-AS _R	0.19	-0.18	-0.54	-19.24	-37.24
δ+AS _R	3.76	21.50	8.75	13.74	82.16

表 73 Tm 准确度协作试验数据汇总表

分析元素：	Tm			计量单位：	ug/g
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
1_1	5.09	30.2	14.1	74.2	280
1_2	5.25	30.6	14.0	75.9	279
1_3	5.20	29.2	13.7	76.3	261
1_4	5.27	29.2	13.4	74.5	275
2_1	4.86	26.5	12.5	69.5	268
2_2	4.75	26.8	11.9	70.5	264
2_3	4.80	25.3	11.9	70.4	260
2_4	4.72	26.0	12.1	69.9	269
3_1	5.27	30.1	13.6	78.4	284
3_2	5.25	28.8	13.2	77.4	281
3_3	5.22	29.9	13.6	78.2	281
3_4	5.21	29.3	13.5	77.8	286
4_1	5.32	29.4	13.5	73.5	274
4_2	5.21	30.7	14.3	76.7	266
4_3	5.09	31.2	14.7	74.6	284
4_4	5.35	29.8	14.2	77.8	272
5_1	5.54	31.9*	13.1	79.8	262
5_2	5.50	33.4*	12.0	81.8	274
5_3	5.62	34.0*	12.5	78.9	283
5_4	5.65	33.2*	12.8	76.1	289
6_1	5.24*	29.3	13.6*	76.8*	268
6_2	4.88*	26.4	11.7*	69.2*	254
6_3	4.87*	28.3	12.4*	71.2*	251
6_4	4.72*	28.0	11.7*	71.3*	271
7_1	5.13	30.2	13.4	74.5	260
7_2	5.10	29.7	14.3	75.4	261
7_3	4.95	29.8	13.5	74.8	264
7_4	5.12	29.8	13.3	74.4	271
8_1	6.33*	35.6*	16.3*	89.4*	289
8_2	5.95*	35.9*	15.8*	88.0*	285
8_3	6.27*	35.4*	16.6*	87.0*	286
8_4	6.46*	35.6*	15.7*	90.6*	285
9_1	5.00	29.0	12.3	70.4	267
9_2	4.92	29.1	12.1	71.6	273
9_3	4.92	28.1	12.4	70.5	274
9_4	5.02	29.2	12.3	69.9	267
10_1	5.57	30.3	13.6	69.2	278
10_2	5.57	30.4	13.2	72.7	283
10_3	5.52	27.4	13.7	70.0	277
10_4	5.51	28.5	12.3	70.1	284
11_1	4.93	27.7	12.8	73.4	260

分析元素：	Tm			计量单位：ug/g	
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
11_2	4.95	28.1	13.0	74.2	264
11_3	4.88	27.3	12.9	74.1	267
11_4	4.95	27.1	13.6	74.0	266
12_1	5.23	30.0	13.7	75.9	266
12_2	5.36	30.7	13.8	79.2	281
12_3	5.41	30.7	13.6	77.8	261
12_4	5.21	30.6	13.5	77.2	274

表 74 Tm 准确度协作试验数据统计表

样品/水平	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
参加实验室数目	12	12	12	12	12
有效实验室数目	12	12	12	12	12
总平均值 (μg/g)	5.25	29.9	13.4	75.5	272
标准推荐值(μg/g)	5.0	27.7	13.2	72	270
相对误差 (RE%)	5.06	7.83	1.28	4.89	0.92
重复性标准差 (S_r)	0.111	0.762	0.451	1.556	6.679
再现性标准差 (S_R)	0.409	2.584	1.155	5.325	9.952
重复性限 (r)	0.310	2.134	1.264	4.358	18.700
再现性限 (R)	1.146	7.236	3.235	14.910	27.867
$\gamma=S_R/S_r$	3.70	3.39	2.56	3.42	1.49
$A=1.96f$	0.55	0.55	0.53	0.55	0.46
测量方法偏倚 δ	0.25	2.17	0.17	3.52	2.48
$\delta-AS_R$	0.03	0.75	-0.45	0.61	-2.10
$\delta+AS_R$	0.48	3.58	0.78	6.44	7.06

表 75 Yb 准确度协作试验数据汇总表

分析元素：	Yb			计量单位：ug/g	
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
1_1	30.9	202*	81.9	416	1742
1_2	31.1	198*	84.5	430	1715
1_3	31.0	182*	86.2	433	1783
1_4	32.2	184*	80.2	416	1783
2_1	33.5	204	86.5	469*	1828
2_2	33.1	201	88.4	470*	1818
2_3	33.7	198	87.7	475*	1865
2_4	34.0	196	87.7	476*	1836
3_1	32.4	187	84.4	446	1768
3_2	32.9	183	83.9	438	1751
3_3	32.7	186	84.9	451	1753
3_4	32.1	184	84.7	446	1788

分析元素：	Yb			计量单位：	ug/g
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
4_1	30.7	196	83.5	428	1735
4_2	31.5	184	84.2	418	1747
4_3	32.3	186	87.3	412	1764
4_4	33.1	193	86.5	421	1778
5_1	33.9	190	78.2	428	1656
5_2	32.5	204	73.5	415	1630
5_3	33.3	201	76.4	434	1550
5_4	32.0	195	80.3	438	1505
6_1	34.4	194	80.5	432	1824
6_2	33.8	181	80.7	428	1817
6_3	33.9	193	84.9	442	1827
6_4	32.4	186	82.0	432	1802
7_1	34.6	197	88.8*	426*	1982**
7_2	34.9	196	94.3*	469*	1840**
7_3	34.0	197	92.1*	447*	1734**
7_4	35.4	197	88.7*	445*	1895**
8_1	41.7**	230**	106*	522*	1887
8_2	39.7**	232**	101*	524*	1871
8_3	42.2**	228**	105*	517*	1884
8_4	42.6**	228**	101*	498*	1877
9_1	34.7	200	84.6	454	1911
9_2	35.2	202	84.3	450	1934
9_3	34.7	194	86.0	456	1984
9_4	35.0	194	87.0	446	1935
10_1	35.6	191	90.6	454	1960
10_2	36.8	201	86.5	456	1888
10_3	36.6	198	87.1	469	2043
10_4	36.7	192	90.4	472	1923
11_1	34.7	190	86.2	443	1700
11_2	34.7	188	87.3	448	1730
11_3	33.9	189	88.4	442	1740
11_4	34.2	188	87.8	446	1740
12_1	34.7	195	87.7	444	1784
12_2	36.1	195	88.5	464	1873
12_3	35.6	199	88.0	452	1752
12_4	35.1	200	86.2	450	1826

表 76 Yb 准确度协作试验数据统计表

样品/水平	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
参加实验室数目	12	12	12	12	12
有效实验室数目	11	11	12	12	11
总平均值 (μg/g)	33.8	193	86.9	450	1802
标准推荐值(μg/g)	32.1	193	87.8	450	1800
相对误差 (RE%)	5.25	0.22	-0.99	-0.06	0.14
重复性标准差 (S _r)	0.631	4.975	1.959	8.822	37.807
再现性标准差 (S _R)	1.646	6.505	6.492	26.909	108.942
重复性限 (r)	1.767	13.930	5.484	24.702	105.859
再现性限 (R)	4.608	18.214	18.177	75.344	305.039
$\gamma=S_R/S_r$	2.61	1.31	3.31	3.05	2.88
A=1.96f	0.56	0.44	0.55	0.54	0.56
测量方法偏倚 δ	1.69	0.43	-0.87	-0.25	2.43
δ-AS _R	0.77	-2.45	-4.42	-14.85	-58.97
δ+AS _R	2.60	3.31	2.67	14.35	63.84

表 77 Lu 准确度协作试验数据汇总表

分析元素:	Lu			计量单位:	ug/g
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
1_1	4.29	24.4	11.0	55.7	245
1_2	4.37	24.7	11.3	54.2	257
1_3	4.33	25.5	11.8	54.1	245
1_4	4.51	25.2	11.7	55.8	253
2_1	4.62	25.4	11.6	53.4	263
2_2	4.97	27.0	12.7	54.7	266
2_3	4.56	27.4	11.9	53.2	264
2_4	4.85	25.7	11.5	54.1	260
3_1	5.04	28.3	12.4	56.3	274
3_2	5.04	27.6	12.1	55.9	268
3_3	4.92	27.6	12.4	56.3	268
3_4	4.88	27.9	12.5	56.0	274
4_1	4.35	24.3	11.2	53.5	247
4_2	4.48	23.8	11.7	52.4	263
4_3	4.53	24.7	11.3	54.3	254
4_4	4.72	25.2	11.1	51.7	267
5_1	5.62	31.1	12.6	64.5	250
5_2	5.36	30.9	13.2	67.7	258
5_3	5.18	32.1	12.7	64.8	268
5_4	5.03	30.7	12.3	63.4	265
6_1	5.11	27.7	11.7	60.7	263
6_2	5.23	27.8	11.9	60.6	265
6_3	5.24	28.8	12.5	61.6	263
6_4	5.10	27.8	11.7	61.1	255

分析元素：	Lu			计量单位：	ug/g
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
7_1	5.11	29.5	13.0	62.8	262
7_2	4.98	29.6	13.6	63.2	261
7_3	4.92	30.0	13.1	63.1	269
7_4	5.02	30.4	12.8	62.5	268
8_1	6.37*	34.5	15.4**	70.5	265
8_2	6.00*	34.0	14.7**	70.9	263
8_3	6.40*	33.8	15.4**	70.4	265
8_4	6.52*	33.5	14.7**	71.0	263
9_1	4.89	26.1	11.1	55.7	234
9_2	4.84	26.9	11.2	56.9	236
9_3	4.83	26.2	11.4	57.2	248
9_4	4.91	26.0	11.5	55.7	242
10_1	5.30	29.6	12.1	59.3	279
10_2	5.43	29.6	12.6	57.7	283
10_3	5.35	29.5	11.1	55.4	277
10_4	5.38	30.9	11.9	56.3	287
11_1	4.76	25.8	11.4	56.6	247
11_2	4.80	25.7	11.8	57.6	250
11_3	4.65	25.7	11.9	56.2	248
11_4	4.79	25.8	12.3	56.9	252
12_1	5.08	27.4	12.3	57.6	240
12_2	5.23	28.0	12.3	60.1	252
12_3	5.24	28.4	12.1	58.9	235
12_4	5.11	28.3	12.1	58.5	248

表 78 Lu 准确度协作试验数据统计表

样品/水平	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
参加实验室数目	12	12	12	12	12
有效实验室数目	5.	28	12	58	25
总平均值 (μg/g)	5.05	28.1	12.0	58.9	259
标准推荐值(μg/g)	4.8	26.7	11.9	57.0	260
相对误差 (RE%)	5.14	5.09	0.92	3.33	-0.41
重复性标准差 (S _r)	0.515	2.817	0.650	5.253	12.635
再现性标准差 (S _R)	3.808	5.233	1.759	5.387	2.305
重复性限 (r)	1.442	7.887	1.820	14.708	35.379
再现性限 (R)	10.662	14.654	4.924	15.085	6.454
$\gamma=S_R/S_r$	0.55	0.56	0.51	0.56	0.52
A=1.96f	5.05	28.06	12.01	58.90	258.94
测量方法偏倚 δ	0.25	1.36	0.11	1.90	-1.06
δ-AS _R	-18.97	-145.48	-21.01	-315.40	-597.92
δ+AS _R	19.46	148.20	21.23	319.19	595.79

表 79 Ta 准确度协作试验数据汇总表

分析元素：	Ta			计量单位：	ug/g
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
1_1	7.05	7.01	4.22	18.9	6.54
1_2	5.89	7.06	3.86	19.6	6.89
1_3	5.72	6.52	3.86	19.7	6.97
1_4	6.57	6.64	3.95	18.5	6.53
2_1	6.78	5.89	3.85	20.1	6.42
2_2	6.98	6.02	3.60	19.9	6.90
2_3	6.47	6.12	3.45	18.1	6.35
2_4	7.02	5.72	3.64	18.4	6.75
3_1	5.40	6.52	3.55	18.2	6.45
3_2	5.80	6.39	3.34	18.8	6.51
3_3	5.82	6.63	4.33	17.7	5.72
3_4	5.58	6.34	3.45	18.1	6.48
4_1	7.15	6.81	4.02	18.6	6.72
4_2	5.68	6.57	3.96	18.3	6.81
4_3	6.32	7.12	3.87	19.0	6.77
4_4	5.89	6.48	4.11	18.2	6.65
5_1	5.24	5.76	2.27	16.1	6.14
5_2	5.09	5.77	2.44	16.3	6.24
5_3	5.15	6.07	2.33	16.2	6.35
5_4	4.93	5.91	2.24	15.8	6.14
6_1	2.79	2.99	1.62	17.0	10.1**
6_2	2.04	3.58	1.74	16.2	9.05**
6_3	2.56	2.94	1.56	15.1	11.8**
6_4	2.50	2.85	1.42	17.3	10.6**
7_1	1.77	3.03	0.98	9.98	12.1**
7_2	1.78	3.13	0.99	10.1	12.3**
7_3	1.74	3.11	1.02	10.1	12.1**
7_4	1.83	3.16	1.03	10.1	12.0**
8_1	6.62	6.73	4.20	13.7*	8.16
8_2	5.73	6.32	3.61	16.8*	7.60
8_3	5.75	6.03	4.17	16.8*	7.74
8_4	6.39	6.18	4.06	16.5*	7.71
9_1	4.65**	4.67**	5.42	12.0	8.23
9_2	4.31**	5.82**	4.70	10.3	6.66
9_3	7.12**	3.96**	5.42	11.4	7.03
9_4	5.27**	4.42**	5.74	10.2	7.15
10_1	3.48	3.62	2.06	8.48	4.22*
10_2	3.63	3.67	1.81	8.56	4.18*
10_3	3.52	3.31	2.10	8.95	4.46*

分析元素：	Ta			计量单位：	ug/g
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
10_4	3.53	3.34	2.05	8.50	3.97*
11_1	3.69	3.91	2.36	8.66	4.46*
11_2	3.70	3.85	2.59	8.53	4.40*
11_3	3.69	3.85	2.52	8.46	4.44*
11_4	3.71	3.87	2.44	8.54	4.50*
12_1	6.19	6.40	4.00	18.9	6.59
12_2	6.42	6.71	4.02	20.9	6.78
12_3	6.50	6.58	4.26	20.4	6.17
12_4	6.37	6.43	3.14	20.1	6.49

表 80 Ta 准确度协作试验数据统计表

样品/水平	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
参加实验室数目	12	12	12	12	12
有效实验室数目	11	11	12	12	10
总平均值 (μg/g)	4.92	5.29	3.15	15.1	6.28
标准推荐值(μg/g)	-	-	-	-	-
相对误差 (RE%)	-	-	-	-	-
重复性标准差 (S_r)	0.337	0.209	0.263	0.738	0.301
再现性标准差 (S_R)	1.775	1.561	1.276	4.411	1.161
重复性限 (r)	0.943	0.586	0.737	2.066	0.842
再现性限 (R)	4.971	4.371	3.572	12.350	3.250
$\gamma=S_R/S_r$	5.27	7.46	4.85	5.98	3.86
$A=1.96f$	0.58	0.59	0.56	0.56	0.60
测量方法偏倚 δ	-	-	-	-	-
$\delta-AS_R$	-	-	-	-	-
$\delta+AS_R$	-	-	-	-	-

表 81 W 准确度协作试验数据汇总表

分析元素：	W			计量单位：	ug/g
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
1_1	3.73	4.41	2.06	16.7	16.7
1_2	3.63	4.54	2.15	17.1	15.4
1_3	3.49	4.15	2.21	17.6	15.3
1_4	3.27	4.28	2.32	16.7	16.2
2_1	3.54	4.50	2.30	17.0	15.6
2_2	3.56	4.52	2.25	17.5	15.5
2_3	3.50	4.56	2.20	17.2	15.8
2_4	3.68	4.48	2.18	17.3	15.8
3_1	3.54	4.43	2.19	16.8	14.9
3_2	3.58	4.16	2.15	17.1	14.6

分析元素：	W			计量单位：	ug/g
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
3_3	3.35	4.45	2.16	16.6	14.5
3_4	3.51	4.52	2.26	16.8	14.7
4_1	3.86	4.23	2.35	17.4	16.3
4_2	3.65	4.38	2.17	17.7	15.9
4_3	3.32	4.58	2.32	16.9	16.5
4_4	3.48	4.18	2.25	17.9	15.7
5_1	2.98	3.96	1.76	17.6	17.8
5_2	2.99	3.96	1.79	18.3	18.3
5_3	2.97	3.91	1.75	17.7	18.3
5_4	3.00	3.78	1.80	18.2	18.2
6_1	3.41	5.06	2.49	18.6	26.5**
6_2	3.10	5.41	2.51	18.9	28.9**
6_3	3.13	5.17	2.47	19.4	28.6**
6_4	3.35	5.01	2.46	18.6	26.4**
7_1	2.03**	3.42	1.52	12.6	15.9
7_2	2.07**	3.60	1.62	12.7	15.7
7_3	1.96**	3.55	1.47	12.1	15.3
7_4	2.13**	3.42	1.45	12.7	15.9
8_1	3.89	4.59	2.31	18.2	17.3
8_2	3.73	4.69	2.11	18.6	17.0
8_3	3.85	4.62	2.22	18.4	16.8
8_4	3.94	4.66	3.19**	19.6	17.6
9_1	3.46	3.80	1.73	16.3	14.8
9_2	3.34	4.05	1.69	16.7	14.2
9_3	3.28	3.88	1.82	16.5	15.0
9_4	3.34	3.91	1.76	16.8	15.1
10_1	3.64	3.84	2.04	15.5	13.6
10_2	3.47	3.78	1.87	14.7	12.9
10_3	3.43	3.87	1.98	14.3	13.3
10_4	3.42	3.90	1.87	15.8	12.2
11_1	3.35	3.90	1.87	15.6	14.1
11_2	3.45	3.93	1.98	15.3	13.8
11_3	3.34	3.90	1.95	15.2	14.5
11_4	3.52	3.89	1.93	15.5	14.0
12_1	3.82	4.54	2.16	18.4	15.9
12_2	3.99	4.65	2.16	19.2	16.6
12_3	3.99	4.68	2.30	19.2	15.7
12_4	3.86	4.64	2.08	19.4	16.4

表 82 W 准确度协作试验数据统计表

样品/水平	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
-------	----------	----------	----------	----------	----------

参加实验室数目	12	12	12	12	12
有效实验室数目	11	12	12	12	11
总平均值 (µg/g)	3.49	4.26	2.05	16.9	15.6
标准推荐值(µg/g)	-	-	-	-	-
相对误差 (RE%)	-	-	-	-	-
重复性标准差 (S_r)	0.125	0.113	0.070	0.404	0.391
再现性标准差 (S_R)	0.280	0.469	0.283	1.895	1.461
重复性限 (r)	0.351	0.317	0.197	1.130	1.095
再现性限 (R)	0.784	1.314	0.792	5.307	4.089
$\gamma=S_R/S_r$	2.23	4.15	4.02	4.70	3.73
$A=1.96f$	0.54	0.55	0.55	0.56	0.57
测量方法偏倚 δ	-	-	-	-	-
$\delta-AS_R$	-	-	-	-	-
$\delta+AS_R$	-	-	-	-	-

表 83 Tl 准确度协作试验数据汇总表

分析元素:	Tl			计量单位: ug/g	
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
1_1	3.41	3.13	0.70	5.68	2.01
1_2	3.41	3.17	0.66	5.27	2.05
1_3	3.13	3.01	0.68	5.14	2.06
1_4	3.15	3.09	0.70	5.47	2.04
2_1	3.15	3.05	0.68	4.95	1.52
2_2	3.08	2.98	0.71	4.90	1.55
2_3	3.01	2.84	0.70	5.02	1.46
2_4	2.97	2.90	0.71	4.97	1.60
3_1	3.23	3.36	0.66	5.64	2.12
3_2	3.34	3.41	0.64	5.61	1.94
3_3	3.43	3.36	0.66	5.71	2.06
3_4	3.30	3.33	0.64	5.74	2.10
4_1	3.25	3.11	0.69	5.12	2.11
4_2	3.53	3.02	0.77	5.43	2.15
4_3	3.17	3.08	0.74	5.22	2.13
4_4	3.42	3.14	0.73	5.17	2.07
5_1	2.98	2.91	0.52	4.74	1.63
5_2	2.99	2.77	0.56	4.53	1.57
5_3	2.96	2.84	0.55	4.73	1.51
5_4	2.96	2.78	0.53	4.64	1.57
6_1	2.94	3.19**	0.80*	4.73**	2.69**
6_2	2.99	2.71**	0.68*	3.66**	1.99**
6_3	3.00	3.24**	0.79*	4.73**	2.50**
6_4	3.27	3.00**	0.78*	3.94**	2.14**
7_1	2.99	2.82	0.54	4.88	1.73

分析元素：	Tl			计量单位：	ug/g
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
7_2	2.99	2.85	0.56	4.75	1.63
7_3	2.80	2.92	0.55	4.87	1.66
7_4	2.87	2.96	0.53	4.80	1.71
8_1	2.57	2.93	1.14**	4.48	2.01
8_2	2.48	2.94	1.14**	4.18	2.12
8_3	2.69	2.88	1.15**	4.17	2.25
8_4	2.62	2.97	1.09**	4.49	1.96
9_1	2.73	3.11	0.52	4.71	1.67
9_2	2.86	3.06	0.54	4.88	1.64
9_3	2.84	2.92	0.50	4.83	1.72
9_4	2.84	3.09	0.53	4.89	1.69
10_1	2.49	3.12	0.51	4.75	1.49
10_2	2.74	2.95	0.58	4.79	1.80
10_3	2.83	2.71	0.60	4.73	1.66
10_4	2.73	2.76	0.59	4.78	1.77
11_1	2.68	2.61	0.52	4.55	1.62
11_2	2.72	2.68	0.52	4.70	1.59
11_3	2.79	2.58	0.52	4.59	1.63
11_4	2.89	2.64	0.51	4.65	1.59
12_1	3.15	3.16	0.63	4.95	1.86
12_2	3.30	3.22	0.66	5.34	1.94
12_3	3.36	3.32	0.63	5.41	1.91
12_4	3.27	3.33	0.63	5.31	1.94

表 84 Tl 准确度协作试验数据统计表

样品/水平	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
参加实验室数目	12	12	12	12	12
有效实验室数目	12	11	11	11	11
总平均值 (μg/g)	3.01	3.00	0.62	4.96	1.81
标准推荐值(μg/g)	-	-	-	-	-
相对误差 (RE%)	-	-	-	-	-
重复性标准差 (S_r)	0.110	0.084	0.026	0.128	0.071
再现性标准差 (S_R)	0.275	0.218	0.092	0.407	0.236
重复性限 (r)	0.307	0.235	0.074	0.358	0.198
再现性限 (R)	0.769	0.610	0.257	1.139	0.660
$\gamma=S_R/S_r$	2.51	2.60	3.50	3.18	3.32
$A=1.96f$	0.53	0.56	0.57	0.57	0.57
测量方法偏倚 δ	-	-	-	-	-
$\delta-AS_R$	-	-	-	-	-
$\delta+AS_R$	-	-	-	-	-

表 85 Pb 准确度协作试验数据汇总表

分析元素:	Pb			计量单位:	ug/g
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
1_1	138	145	30.9	111	218
1_2	137	146	31.9	115	213
1_3	139	146	29.7	116	211
1_4	131	149	29.8	113	209
2_1	145	150	34.5	120	202
2_2	150	152	34.1	121	204
2_3	148	151	34.0	119	204
2_4	147	150	33.7	120	203
3_1	143	147	31.6	113	228
3_2	140	144	30.2	114	229
3_3	139	149	30.9	115	225
3_4	137	145	31.6	122	231
4_1	137	144	30.3	110	205
4_2	139	148	31.2	114	209
4_3	132	149	30.5	109	202
4_4	136	145	29.7	115	211
5_1	143	146*	28.3	108	202
5_2	150	161*	29.0	118	211
5_3	148	153*	28.7	112	214
5_4	149	146*	29.7	112	221
6_1	129	130	30.1	108	213
6_2	125	134	28.8	104	213
6_3	131	139	31.6	102	228
6_4	134	132	28.3	111	218
7_1	143	142	28.9	113	215
7_2	141	143	29.4	118	218
7_3	136	145	28.7	111	225
7_4	134	149	27.4	109	231
8_1	148	155	33.7	113	214
8_2	143	154	31.6	112	211
8_3	152	152	32.6	112	215
8_4	152	152	32.0	116	215
9_1	135	146	30.3	107	208
9_2	134	146	29.4	108	212
9_3	138	145	29.2	108	214
9_4	137	141	30.2	106	212
10_1	145	142	32.3	115	211
10_2	144	146	30.8	121	206
10_3	143	140	32.2	128	209
10_4	143	152	31.3	115	203

分析元素：	Pb			计量单位：	ug/g
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
11_1	148	147	30.9	112	207
11_2	142	148	30.4	111	209
11_3	145	147	30.0	108	210
11_4	142	146	29.9	110	214
12_1	146	153	31.9	113	224
12_2	150	153	32.6	115	216
12_3	151	158	32.3	116	224
12_4	147	159	31.8	115	221

表 86 Pb 准确度协作试验数据统计表

样品/水平	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
参加实验室数目	12	12	12	12	12
有效实验室数目	12	12	12	12	12
总平均值 (μg/g)	141	147	30.8	113	214
标准推荐值(μg/g)	-	-	-	-	-
相对误差 (RE%)	-	-	-	-	-
重复性标准差 (S_r)	3.030	3.377	0.779	3.245	4.537
再现性标准差 (S_R)	6.742	6.294	1.711	5.055	8.263
重复性限 (r)	8.484	9.455	2.182	9.085	12.703
再现性限 (R)	18.876	17.623	4.792	14.154	23.135
$\gamma=S_R/S_r$	2.22	1.86	2.20	1.56	1.82
$A=1.96f$	0.52	0.50	0.52	0.47	0.50
测量方法偏倚 δ	-	-	-	-	-
$\delta-AS_R$	-	-	-	-	-
$\delta+AS_R$	-	-	-	-	-

表 87 Bi 准确度协作试验数据汇总表

分析元素：	Bi			计量单位：	ug/g
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
1_1	3.05	3.34	0.69	18.2	2.91**
1_2	3.19	3.34	0.69	17.6	2.66**
1_3	3.23	3.39	0.65	18.0	2.78**
1_4	3.00	3.38	0.64	17.2	2.78**
2_1	2.95	3.15	0.70	17.0	0.98
2_2	2.98	3.20	0.71	17.0	0.97
2_3	3.05	3.18	0.69	17.1	1.05
2_4	3.02	3.30	0.70	16.4	1.02
3_1	2.96	2.99	0.41	16.5	1.16

分析元素：	Bi			计量单位：	ug/g
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
3_2	2.94	2.96	0.38	16.5	1.11
3_3	3.02	3.02	0.49	16.6	1.13
3_4	2.92	3.01	0.39	16.7	1.15
4_1	3.15	3.37	0.67	17.8	2.83**
4_2	3.25	3.32	0.64	18.3	2.79**
4_3	3.32	3.28	0.66	18.5	2.62**
4_4	3.07	3.35	0.69	18.7	2.77**
5_1	2.69	2.50	0.44	13.5	1.44
5_2	2.56	2.44	0.47	12.7	1.50
5_3	2.48	2.47	0.48	13.1	1.53
5_4	2.40	2.52	0.46	13.6	1.58
6_1	3.33**	3.24**	0.42	17.8**	1.33**
6_2	2.57**	2.62**	0.31	13.7**	1.04**
6_3	3.20**	3.13**	0.39	16.4**	1.28**
6_4	2.83**	2.74**	0.34	14.8**	1.10**
7_1	2.91	2.85	0.39	15.0	1.12
7_2	3.01	3.05	0.35	15.4	1.09
7_3	2.83	2.98	0.37	15.9	1.13
7_4	2.92	2.98	0.32	15.9	1.08
8_1	2.76	2.70	0.35	14.9	0.85
8_2	2.70	2.69	0.34	14.6	0.83
8_3	2.73	2.70	0.34	14.8	0.83
8_4	2.67	2.69	0.34	14.9	0.82
9_1	3.11	3.30	0.52	16.1	1.21
9_2	3.12	3.25	0.51	16.7	1.24
9_3	3.23	3.03	0.52	17.1	1.21
9_4	3.17	3.08	0.53	16.2	1.21
10_1	2.88	3.06	0.74	14.7	1.02
10_2	2.88	2.84	0.73	15.3	0.94
10_3	2.85	2.91	0.70	15.0	0.92
10_4	2.84	2.86	0.69	14.9	0.98
11_1	3.00	2.91	0.68	14.9	1.12
11_2	3.04	2.99	0.70	14.8	1.14
11_3	2.99	2.96	0.69	14.1	1.18
11_4	3.05	2.92	0.67	14.7	1.16
12_1	3.18	3.19	0.41	16.7	1.13
12_2	3.26	3.20	0.42	17.2	1.18
12_3	3.29	3.26	0.46	17.4	1.14
12_4	3.22	3.26	0.39	17.3	1.15

表 88 Bi 准确度协作试验数据统计表

样品/水平	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
参加实验室数目	12	12	12	12	12
有效实验室数目	11	11	12	11	9
总平均值 (μg/g)	2.97	3.03	0.53	16.0	1.12
标准推荐值(μg/g)	-	-	-	-	-
相对误差 (RE%)	-	-	-	-	-
重复性标准差 (S _r)	0.072	0.064	0.027	0.349	0.032
再现性标准差 (S _R)	0.222	0.275	0.151	1.560	0.191
重复性限 (r)	0.201	0.179	0.077	0.978	0.090
再现性限 (R)	0.622	0.770	0.424	4.369	0.535
$\gamma=S_R/S_r$	3.09	4.30	5.53	4.47	5.93
A=1.96f	0.57	0.58	0.56	0.58	0.65
测量方法偏倚 δ	-	-	-	-	-
δ-AS _R	-	-	-	-	-
δ+AS _R	-	-	-	-	-

表 89 Th 准确度协作试验数据汇总表

分析元素:	Th			计量单位:	ug/g
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
1_1	44.0	45.5	27.5	19.7	60.2
1_2	43.7	45.4	27.0	20.1	60.8
1_3	45.5	45.1	27.0	20.1	60.9
1_4	45.6	45.6	27.3	19.3	61.4
2_1	47.1	44.3	28.0	20.2	56.9
2_2	46.6	44.9	28.1	20.2	57.0
2_3	45.6	44.7	27.0	20.5	56.3
2_4	46.7	43.7	26.8	20.7	56.0
3_1	42.0	42.6	25.3	17.0	62.7
3_2	41.8	41.4	24.4	17.1	61.6
3_3	42.2	42.1	24.5	17.2	60.5
3_4	41.1	41.8	24.5	17.2	62.3
4_1	43.5	44.8	26.5	20.3	61.7
4_2	44.7	45.6	27.3	19.8	60.8
4_3	45.3	43.2	26.4	20.7	61.9
4_4	44.8	45.3	26.1	19.6	62.1
5_1	40.9	43.2	21.3	19.9	61.7
5_2	42.5	43.5	19.5	21.8	64.5
5_3	41.5	45.6	20.0	21.3	63.3
5_4	41.5	44.7	21.0	20.5	61.0
6_1	40.1	41.3	21.1	15.7	64.3**
6_2	40.2	40.5	20.4	15.5	58.7**
6_3	40.3	40.5	20.9	15.3	62.8**
6_4	40.1	40.4	20.5	15.9	57.6**

分析元素:	Th			计量单位:	ug/g
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
7_1	44.4	45.9	33.4	17.5	70.9**
7_2	45.1	45.0	32.4	16.7	65.4**
7_3	44.1	49.4	32.8	17.6	64.2**
7_4	43.5	45.0	33.2	18.7	76.7**
8_1	48.3	48.5	29.5	19.1	68.1
8_2	44.3	49.3	27.9	19.3	66.4
8_3	48.3	46.9	29.1	19.0	69.2
8_4	47.5	47.5	27.6	19.9	68.2
9_1	37.5	40.9*	24.6	18.0	70.3
9_2	37.7	38.5*	24.1	17.1	69.2
9_3	36.4	41.9*	25.2	18.3	70.6
9_4	34.1	36.8*	25.2	17.6	70.7
10_1	43.1	38.2	24.0	18.2	69.7
10_2	41.1	37.9	25.2	18.5	70.1
10_3	41.4	40.7	24.0	17.6	70.1
10_4	39.7	40.2	23.5	18.6	69.2
11_1	38.8	37.0	21.9	20.3	68.1
11_2	39.1	36.7	21.9	20.3	69.0
11_3	38.3	36.6	21.2	20.6	68.5
11_4	38.9	36.4	21.3	20.8	68.4
12_1	44.9	47.1	27.3	18.2	62.8
12_2	45.9	46.4	26.2	19.3	61.5
12_3	47.2	45.7	27.1	17.8	60.3
12_4	46.6	46.4	26.7	18.7	61.6

表 90 Th 准确度协作试验数据统计表

样品/水平	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
参加实验室数目	12	12	12	12	12
有效实验室数目	12	12	12	12	10
总平均值 (μg/g)	42.8	43.1	25.5	18.8	64.1
标准推荐值(μg/g)	40.5	39.0	23.6	21	67.0
相对误差 (RE%)	5.63	10.61	8.02	-10.39	-4.27
重复性标准差 (S _r)	1.020	1.167	0.577	0.502	0.861
再现性标准差 (S _R)	3.429	3.618	3.615	1.672	4.675
重复性限 (r)	2.856	3.268	1.614	1.407	2.410
再现性限 (R)	9.600	10.130	10.123	4.681	13.090
$\gamma=S_R/S_r$	3.36	3.10	6.27	3.33	5.43
A=1.96f	0.55	0.54	0.56	0.55	0.61
测量方法偏倚 δ	2.28	4.14	1.89	-2.18	-2.86
δ-AS _R	0.41	2.17	-0.13	-3.09	-5.72
δ+AS _R	4.16	6.10	3.92	-1.27	0.00

表 91 U 准确度协作试验数据汇总表

分析元素：	U			计量单位：	ug/g
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
1_1	7.94	8.50	5.98	10.3	10.2
1_2	8.07	8.21	5.95	10.3	10.1
1_3	8.23	8.66	5.93	10.4	10.3
1_4	8.06	8.49	5.93	10.1	10.0
2_1	8.32	8.65	6.30	10.8	8.85
2_2	8.30	8.50	6.28	10.5	8.87
2_3	8.25	8.64	6.25	10.6	8.77
2_4	8.40	8.60	6.10	10.4	9.04
3_1	8.39	7.95	5.77	9.55	9.88
3_2	8.26	8.23	5.48	9.97	9.84
3_3	8.00	8.01	5.61	10.1	9.67
3_4	7.97	7.95	5.64	9.53	9.97
4_1	7.87	8.57	5.87	10.8	10.7
4_2	8.11	8.24	5.92	10.9	10.3
4_3	8.32	8.75	5.88	10.6	10.9
4_4	8.07	8.35	5.65	10.7	10.1
5_1	7.61	7.57	4.75*	9.02	9.08
5_2	7.65	7.71	4.23*	9.40	8.80
5_3	7.44	8.06	4.41*	9.18	9.01
5_4	7.12	7.82	4.63*	8.74	8.92
6_1	7.70	7.83	5.33*	9.36	10.2
6_2	7.78	7.12	5.07*	9.08	9.86
6_3	7.76	7.56	5.39*	9.30	10.1
6_4	7.56	7.53	5.12*	9.39	9.93
7_1	8.05	7.86	5.80	10.2	10.8
7_2	8.03	7.92	6.05	11.1	10.3
7_3	7.99	7.81	5.90	10.3	10.3
7_4	7.90	7.75	5.87	10.5	10.6
8_1	9.03*	8.43	5.93	9.67	9.74
8_2	8.08*	8.62	5.65	9.90	9.67
8_3	8.90*	8.70	6.04	9.75	9.86
8_4	8.77*	8.44	5.61	9.99	9.63
9_1	8.29	8.82	5.62	10.4	10.6
9_2	8.41	8.55	5.66	10.1	10.6
9_3	8.35	8.60	5.61	10.4	10.8
9_4	8.36	8.56	5.67	10.0	10.3
10_1	8.65	8.51	5.44	11.8	10.3**
10_2	9.07	8.64	5.83	11.4	11.6**
10_3	8.74	8.18	5.52	11.0	12.0**

分析元素：	U			计量单位： ug/g	
外发样品	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
10_4	9.07	8.55	5.48	11.8	11.5**
11_1	8.44	8.77	5.51	10.1	9.92
11_2	8.44	8.73	5.66	10.2	10.1
11_3	8.42	8.65	5.61	10.1	9.86
11_4	8.52	8.78	5.67	10.1	10.0
12_1	8.51	8.79	5.83	9.76	10.5
12_2	8.29	8.72	5.96	10.4	10.8
12_3	8.87	8.49	6.02	10.3	10.3
12_4	8.44	8.60	5.90	10.5	10.9

表 92 U 准确度协作试验数据统计表

样品/水平	GBW07159	GBW07160	GBW07161	GBW07187	GBW07188
参加实验室数目	12	12	12	12	12
有效实验室数目	12	12	12	12	11
总平均值 (μg/g)	8.23	8.31	5.65	10.2	10.0
标准推荐值(μg/g)	-	-	-	-	-
相对误差 (RE%)	-	-	-	-	-
重复性标准差 (S_r)	0.195	0.168	0.134	0.246	0.195
再现性标准差 (S_R)	0.437	0.433	0.455	0.684	0.630
重复性限 (r)	0.547	0.470	0.375	0.689	0.545
再现性限 (R)	1.225	1.211	1.273	1.914	1.764
$\gamma=S_R/S_r$	2.24	2.58	3.39	2.78	3.24
$A=1.96f$	0.52	0.53	0.55	0.54	0.57
测量方法偏倚 δ	-	-	-	-	-
$\delta-AS_R$	-	-	-	-	-
$\delta+AS_R$	-	-	-	-	-

3.9 主要试验的分析综述报告及技术经济论证

稀土矿石分析可分为稀土元素总量的测定、稀土元素分量的测定以及稀土矿石其它元素含量的测定。稀土元素总量一般采用经典化学方法测定,是根据各个稀土元素在化学性质上的相似性质,采用重量法、光度法和容量法进行测定。稀土元素分量的测定,主要有发射(电弧、火花等为光源)光谱法(像板采集强度信号的摄谱法)、化学光谱法、波长色散 x 射线荧光光谱法、离子交换-薄膜制样波长色散 x 射线荧光光谱法、极谱法、石墨炉原子吸收光谱法和中子活化法等。随着电感耦合等离子体发射光谱仪、电感耦合等离子体质谱仪等大型仪器的发展,相继报道了许多利用该仪器测定稀土元素的方法,目前已经成为稀土元素分量测定的主要手段,特别是电感耦合等离子体质谱仪法更是痕量或超痕量元素分析的重要手段。

在已颁布的稀土矿石标准分析方法中,只测定稀土各元素的量和主量元素,并且主量元素的测定采用化学分析方法,其分析方法的缺点是:分析流程长,步骤复杂、速度慢、测定元素单一、劳动强度大。

稀土元素采用过氧化钠碱熔,经过阳离子交换树脂分离富集,ICP-AES 法测定 15 个稀土元素,分析流程长,步骤复杂、速度慢、劳动强度大。

本部分采用 ICP-MS 分析技术,结合新的混合酸分解样品方法建立的稀土矿石化学分析方法,其特点是:测定元素多、分析速度快,各元素的动态线性范围宽,能够测定不同品位的稀土矿石样品的次痕量元素及稀土元素,分析方法简单,易于掌握和推广。ICP-MS 现已在各个行业的检测实验室,各个地区的科研院所、工厂矿山等大量装备使用,在分析测试过程中被广泛使用的分析手段,也是地质行业多元素分析的重要手段之一。

第四章 采用国际标准和国外先进标准的程度以及与国际、国内同类标准水平的对比情况

4.1 国际稀土矿石标准方法查新

经过国际 ISO 和美国 ASTM 查新，未发现有关稀土矿石相关成分分析标准方法。

4.2 国内稀土矿石标准方法查新

目前，查到的标准主要有稀土矿石中稀土分量的测定；稀土矿石中氧化钪量的测定；以及稀土精矿中稀土总量、钪量、氧化钙、氧化铈、氧化镨、氧化钕量、氧化硅量、氧化铝量、氧化铁量、稀土配分量、五氧化二磷量等项目的测定。已颁布的稀土矿石标准分析方法中，只测定稀土各元素的量和主量元素，并且主量元素的测定采用化学分析方法，其分析方法的缺点是：分析流程长，步骤复杂、速度慢、测定元素单一、劳动强度大。稀土元素的测定采用过氧化钠碱熔，经过阳离子交换树脂分离富集，ICP-AES 法测定 15 个稀土元素，分析流程长，步骤复杂、速度慢、劳动强度大。

本标准采用 ICP-MS 分析技术，结合新的混合酸分解样品方法建立的稀土矿石化学分析方法，其特点是：测定元素多、分析速度快，各元素的动态线性范围宽，能够测定不同品位的稀土矿石样品的次痕量元素及稀土元素，分析方法简单，易于掌握和推广。ICP-MS 现已在各个行业的检测实验室，各个地区的科研院所、工厂矿山等大量装备使用，在分析测试过程中被广泛使用的分析手段，也是地质行业多元素分析的重要手段之一。

第五章 与有关的现行法律、法规和标准的关系

本标准在起草时遵循了《中华人民共和国标准化法》等法律规定，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》和 GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的要求进行编写，该标准为新研制的稀土矿石化学分析方法。

本标准可实现稀土矿石次痕量多元素同时测定，是 GB/T 17417-2010 系列稀土矿石化学分析方法和 GB/T 18114-2010 系列稀土精矿化学分析方法的补充。

第六章 重大分歧意见的处理经过和依据

标准制定过程中无重大分歧意见，对一些不准确之处、与专业名词进行了进一步规范，起草小组根据专家意见进行了认真修改，通过了充分的研究与讨论，

无重大分歧意见。

第七章 标准作为强制性和推荐性标准的建议

我国标准化法规定：保障人体健康、人身财产安全的标准和法律，行政法规规定强制执行的标准属于强制性标准。

由于本标准不涉及以下几方面的技术要求：

- 1、有关国家安全的技术要求；
- 2、保障人体健康和人身、财产安全的要求；
- 3、产品及产品生产、储运和使用中的安全、卫生、环境保护要求及国家需要控制的工程建设的其他要求；
- 4、工程建设的质量、安全、卫生、环境保护按要求及国家需要控制的工程建设的其他要求；
- 5、污染物排放限值和环境质量要求；
- 6、保护动植物生命安全和健康要求；
- 7、防止欺骗、保护消费者利益的要求；
- 8、国家需要控制的重要产品的技术要求。

因此，建议本标准为推荐性标准。

第八章 贯彻标准的要求和措施建议

本标准发布后，建议由全国自然资源与国土空间规划标准化技术委员会制定

标准贯彻实施计划。有条件的实验室，可根据需要选择采用本标准开展稀土矿石样品中相关成分分析，以加强对本标准的推广应用。

建议标准发布后 3 个月内实施。

第九章 废止现行有关标准的建议

本标准为首次发布，无现行标准和本标准类同，不涉及废止现行标准问题。

第十章 其他应予说明的事项

10.1 关于修改标准名称的说明

标准计划名称为：《稀土矿石化学分析方法 第 3 部分：锂、铍、钪、锰等 36 个元素量的测定 混合酸分解-电感耦合等离子体质谱法》，报批标准名称为：《稀土矿石化学分析方法 第 3 部分 锂、铍、钪、锰、钴、镍、铜、锌、镓、铷、铈、钼、铟、铯、钽、钨、铪、铅、铋、钍、钷及 15 个稀土元素含量的测定 混合酸分解—电感耦合等离子体质谱法》，更改的原因为：进一步规范标准名称，并与相关标准相一致，此为编辑性修改，不涉及标准范围改动。