201×-××-××实施

201×-××-××发布

钕铁硼废料化学分析方法

第3部分：硼、钴、铝、铜、铬、镍、锰、钛、钙、镁含量的测定

电感耦合等离子体发射光谱法

Chemical analysis methods of Scraps of neodymium iron boron—

Part 3:Determination of Boron、Cobalt、Aluminum、Copper、Chromium、Nickel、Manganese、Titanium、Calcium、Magnesium contents—

Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

（预审稿）

中华人民共和国稀土行业标准

ICS 77.120.99

H 14

XB

XB/T 612.3—202X

 代替XB/T 612.3-2013

**中华人民共和国工业和信息化部** 发布

前　　言

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

本文件是XB/T 612《钕铁硼废料化学分析方法》的第3部分。XB/T 612已经发布了以下部分：

——第1部分：稀土氧化物总量的测定；

——第2部分：十五个稀土元素氧化物配分量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第3部分：硼、钴、铝、铜、铬、镍、锰、钛、钙、镁含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第4部分：氟量的测定 离子选择电极法。

本文件代替XB/T 612.3-2013《钕铁硼废料化学分析方法第3部分：硼、钴、铝、铜、铬、镍、锰、钛、钙、镁含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》，与XB/T 612.3-2013相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

1. 更改了Cr、Ni、Mn、Ti的测定范围，将Cr、Ni、Mn、Ti的测定范围“0.010~2.00%”修改为“0.010~1.00%”（见第1章，2013年版的第1章）；
2. 增加了规范性引用一章（见第2章）；
3. 增加了术语和定义一章（见第3章）；
4. 删除了试剂“钴标准贮存溶液”（见2013年版的3.6）；
5. 增加了试剂“硝酸（ρ1.42 g/mL）、盐酸（ρ1.19 g/mL）、钴标准贮存溶液Ⅰ、钴标准贮存溶液Ⅱ、钴标准贮存溶液Ⅲ、铈基体溶液、钆基体溶液”（见5.2、5.3、5.8、5.9、5.10、5.25、5.26）；
6. 更改了试剂“混合标准溶液Ⅰ、混合标准溶液Ⅱ、混合标准溶液Ⅲ的配置”（见5.28、5.29、5.30，2013年版的3.22、3.23、3.24）
7. 增加了仪器设备电子天平（见6.1）；
8. 更改了仪器设备中电感耦合等离子体发射光谱仪描述，补充说明仪器正常工作时，各项指标情况（见6.2，2013年版的4.1）；
9. 删除了仪器光源（见2013年版的4.2）；
10. 修改了制备样品的步骤，将样品干燥粉和炉渣料、块片料合并，细化了样品制备过程（见7.1，2013年版的5.1、5.2）；
11. 修改了油泥料、潮湿粉料的预处理要求（见7.2.2013年版的5.3）；
12. 修改了试料称取的重量，将“0.5g”修改为“1.0g”（见8.1，2013年版的6.1）；
13. 修改了分析试液的制备步骤（见8.4，2013年版的6.4）；
14. 修改了试样用标准系列溶液的配制（见8.5.1，2013年版的6.5）；
15. 增加了空白试液用标准系列溶液的配制（见8.5.2）；
16. 更改了Cu、Al、Ni、Ti的分析谱线波长（见8.6.1，2013年版的6.6.1）；
17. 增加了工作曲线的绘制、空白试验的测定（见8.6.2、9.6.3）；
18. 更改了分析结果的计算（见第9章，2013年版的第7章）；
19. 更改了允许差，将“允许差”修改为“重复性”（见10.3，2013年版的8.2）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利，本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国稀土标准化技术委员会（SAC/TC 229）提出并归口。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人：。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况：

——2013年首次发布为XB/T 612—2013；

——本次为第一次修订。

1. 引　　言

本文件所指钕铁硼废料（钕铁硼生产加工回收料）为钕铁硼生产、加工过程中产生的磨泥、料皮、料头、粉料、炉渣、报废品等，该物料经除杂加工后可再次提取稀土等有价元素。

本文件根据最新的标准化文件的结构和起草规则编写，所有标准方法均通过多家实验室试验、验证，在标准中给出了覆盖测量范围的重复性限、再现性限，使方法的精密度要求更趋于完善。

 钕铁硼废料化学分析方法

第3部分：硼、钴、铝、铜、铬、镍、锰、钛、

钙、镁含量的测定

电感耦合等离子体发射光谱法

1. 范围

本文件规定了钕铁硼废料中硼、钴、铝、铜、铬、镍、锰、钛、钙、镁含量的测定方法。

本文件适用于钕铁硼废料中硼、钴、铝、铜、铬、镍、锰、钛、钙、镁含量的测定。测定范围见表1。

表1

|  |  |
| --- | --- |
| 元素 | 测定范围/% |
| Cr、Ni、Mn、Ti | 0.010~1.00 |
| B、Al、Cu、Ca、Mg | 0.010~2.00 |
| Co | 0.010~5.00 |

1. 规范性引用文件

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

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

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

1. 方法提要

试样经盐酸、硝酸分解，在酸性介质中，直接以氩等离子体光源激发，进行光谱测定。

1. 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯及以上试剂和符合GB/T 6682规定的二级水。优先使用有证标准溶液。

5.1 盐酸羟胺：优级纯。

5.2 硝酸（ρ1.42 g/mL）。

5.3 盐酸（ρ1.19 g/mL）。

5.4 过氧化氢（30%）。

5.5 盐酸（1+1）。

5.6 硝酸（1+1）。

5.7 硫酸（5+95）。

5.8 钴标准贮存溶液Ⅰ：准确称取0.2000 g金属钴[ω(Co)≥99.99%]于200mL烧杯中，加入20 mL硝酸（5.6），低温加热溶解至清亮，冷却后移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含2 mg钴。

5.9 钴标准贮存溶液Ⅱ：移取10 mL钴标准贮存溶液Ⅰ（5.8）至100 mL容量瓶中，加入10 mL硝酸（5.6），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含200 μg钴。

5.10 钴标准贮存溶液Ⅲ：移取10 mL钴标准贮存溶液Ⅱ（5.9）至100 mL容量瓶中，加入10 mL硝酸（5.6），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含20 μg钴。

5.11 硼标准贮存溶液：准确称取5.7200 g硼酸（H3BO3，光谱纯），于200 mL塑料烧杯中，加入30 mL水，溶解至清亮，移入100 mL塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含10 mg硼。

5.12 铝标准贮存溶液：准确称取1.0000 g金属铝箔[ω(Al)≥99.99%]（预先用稀盐酸浸泡，经无水乙醇清洗，用红外灯烘干），于200 mL烧杯中，加20 mL盐酸（5.5），滴加2 mL硝酸（5.6），低温加热溶解至清亮，冷却后移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含10 mg铝。

5.13 铜标准贮存溶液：准确称取1.0000 g金属铜[ω（Cu）≥99.99%]，于200 mL烧杯中，加20 mL硝酸（5.6），低温加热溶解至清亮，冷却后移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含10 mg铜。

5.14 铬标准贮存溶液：准确称取2.8290 g重铬酸钾[ω(K2Cr2O7)≥99.99%]（预先经110 ℃烘干1 h），于200 mL烧杯中，加20 mL硝酸（5.6），低温加热溶解至清亮，冷却后移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含10 mg铬。

5.15 镍标准贮存溶液：准确称取1.0000 g金属镍粉[ω(Ni）≥99.99%]，于200 mL烧杯中，加20mL硝酸（5.6），低温加热溶解至清亮，冷却后移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含10 mg镍。

5.16 锰标准贮存溶液：准确称取1.5820 g二氧化锰[ω（MnO2）≥99.99%]（预先经110 ℃烘1 h），于200 mL烧杯中，加20 mL盐酸（5.5），再加少量盐酸羟胺（5.1）低温加热溶解至清亮，冷却后移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含10 mg锰。

5.17 钙标准贮存溶液：准确称取2.4980 g无水碳酸钙（光谱纯）（预先经110 ℃烘干1 h）于200 mL烧杯中，滴加20 mL盐酸（5.5）溶解至清亮，煮沸以除尽二氧化碳，冷却后移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含10 mg钙。

5.18 镁标准贮存溶液：准确称取1.6580 g氧化镁（光谱纯）（预先经800 ℃灼烧1 h至恒重），于200 mL烧杯中，加入10 mL水，加20 mL盐酸（5.5），低温加热溶解至清亮，冷却后移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含10 mg镁。

5.19 钛标准溶液Ⅰ：准确称取0.1669 g氧化钛[ω（TiO2）≥99.99%]（预先经600 ℃灼烧1 h至恒重），于30mL铂金坩埚中，加入4 g焦硫酸钾在650-700 ℃熔融10min(中间摇一次)，取下冷却，用硫酸溶液（5.7）浸取，冷却后移入100 mL容量瓶中，用硫酸溶液（5.7）稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg钛。

5.20 钛标准溶液Ⅱ：移取10 mL钛标准溶液Ⅰ（5.19）于100 mL容量瓶中，用硫酸溶液（5.7）稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含100 μg钛。

5.21 钛标准溶液Ⅲ：移取10 mL钛标准溶液Ⅱ（5.20）于100 mL容量瓶中，用硫酸溶液（5.7）稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含10 μg钛。

5.22 镨基体溶液：准确称取1.2082 g经950℃灼烧1 h的氧化镨[ω(REO)>99.5 %，ω(Pr6O11/REO)>99.99 %]，于100 mL烧杯中，加入20 mL盐酸（5.5），低温加热溶解至清亮，冷却后移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含10 mg镨。再移取此溶液10 mL定容至100 mL容量瓶中，加入10 mL盐酸（5.5），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg镨。

5.23 镝基体溶液：准确称取1.1477 g经950℃灼烧1 h的氧化镝[ω(REO)>99.5%，ω(Dy2O3/REO)>99.99%]，于100 mL烧杯中，加入20 mL盐酸（5.5），低温加热溶解至清亮，冷却后移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含10 mg镝。再移取此溶液10 mL定容至100 mL容量瓶中，加入10 mL盐酸（5.5），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg镝。

5.24 钕基体溶液：准确称取2.3328 g经950℃灼烧1 h的氧化钕[ω(REO)>99.5%，ω(Nd2O3/REO)>99.99 %]，于100 mL烧杯中，加入20 mL盐酸（5.5），低温加热溶解至清亮，冷却移后入200 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含10mg钕。

5.25 铈基体溶液：准确称取1.2283 g经950 ℃灼烧1 h的氧化铈[ω(REO)≥99.5%，ω(CeO2/REO)≥99.999%]置于250 mL烧杯中，加入20 mL硝酸（5.6），加5 mL过氧化氢（5.4），低温加热分解至清亮，冷却至室温，移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含10 mg铈。再移取此溶液10mL定容至100mL容量瓶中，加入10 mL硝酸（5.6），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg铈。

5.26 钆基体溶液：准确称取1.1526 g经950℃灼烧1 h的氧化钆[ω(REO)≥99.5%，ω(Gd2O3/REO)≥99.999%]置于250 mL烧杯中，加入20 mL盐酸（5.5），滴加过氧化氢（5.4），低温加热分解至清亮，冷却至室温，移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含10 mg钆。再移取此溶液10mL定容至100 mL容量瓶中，加入10mL盐酸（5.5），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg钆。

5.27 铁基体溶液：称取2.8594 g经110℃烘干1h的三氧化二铁[ω(Fe2O3)≥99.99%]，于250 mL烧杯中，加入20 mL盐酸（5.5），低温加热溶解至清亮，冷却后移入200 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含10 mg铁。

5.28 混合标准溶液Ⅰ：分别移取10mL标准贮存溶液（5.11～5.18）于100mL容量瓶中，加入10 mL盐酸（5.5），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含硼、铝、铜、铬、镍、锰、钙、镁各1 mg。

5.29 混合标准溶液Ⅱ：移取10 mL混合标准溶液Ⅰ(5.28)于100 mL容量瓶中，加入10 mL盐酸（5.5），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含硼、铝、铜、铬、镍、锰、钙、镁各100μg。

5.30 混合标准溶液Ⅲ：移取10 mL混合标准溶液Ⅱ(5.29)于100 mL容量瓶中，加入10 mL盐酸（5.5），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含硼、铝、铜、铬、镍、锰、钙、镁各10 μg。

5.31 氩气（纯度≥99.99%）。

1. 仪器设备

6.1 电子天平：分度值0.1 mg。

6.2 电感耦合等离子体发射光谱仪。

在仪器正常工作状态下，凡达到下列指标均可使用。

——分辨率：小于0.006 nm（200 nm处）；

——重复性：用1.00 mg/L的铜标准溶液，连续10次测量标准溶液，计算10次测量值的相对标准偏差（RSD）≤1.5%；

——稳定性：用1.00 mg/L的铜标准溶液，在不少于2 h内，间隔15 min以上，重复6次测量标准溶液，计算6次测量值的相对标准偏差（RSD）≤2.0%。

1. 试样

7.1 炉渣料、块片料、干燥粉料：称取约50 g，精确至0.001 g。置于100mL瓷蒸发皿中铺平，在300℃～400℃电热板上加热灼烧1 h至干燥，冷却，称重，立即研磨。

7.2 油泥料、潮湿粉料：称取约50 g，精确至0.001 g，置于100 mL蒸发皿中铺平，在300 ℃～400 ℃电热板上加热灼烧0.5 h至干燥，冷却，称重，立即研磨。

1. 试验步骤

8.1 试料

称取1.0 g试样（7），精确至0.0001 g。。

8.2 平行试验

称取两份试料（8.1）进行平行测定，取其平均值。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

8.4 分析试液的制备

8.4.1 将试料（8.1）置于200 mL烧杯中，加入30 mL盐酸（5.5），10mL硝酸（5. 6），加2 mL过氧化氢（5.4），加盖表面皿，低温加热至试样分解完全。取下冷却后转入到100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

8.4.2 放置澄清后，分取10.00 mL上清液溶液（8.4.1）于 100 mL容量瓶中，补加6 mL盐酸（5.5）及2 mL硝酸（5.6），用水稀释至刻度，混匀，待测。

8.5 系列标准溶液的配制

8.5.1试样测定用标准系列溶液的配制

根据表2的计算量分别移取钴标准贮存溶液Ⅰ（5.8）、钴标准贮存溶液Ⅱ（5.9）、钴标准贮存溶液Ⅲ（5.10）、钛标准溶液Ⅰ（5.19）、钛标准溶液Ⅱ（5.20）、钛标准溶液Ⅲ（5.21）、混合标准溶液Ⅰ（5.28）、混合标准溶液Ⅱ（5.29）、混合标准溶液Ⅲ（5.30）、镨、钕、镝、铈、钆、铁各基体溶液（5.22～5.27）于5个200 mL容量瓶中，加入盐酸（5.5）9 mL及硝酸（5.6）3 mL，用水稀释至刻度，混匀。各元素浓度见表2。各元素含量见表3。

表2

|  |  |
| --- | --- |
| 标号 | 各元素浓度 /（μg /mL）　　　 |
| B | Co | Al | Cu | Cr | Ni | Mn | Ti | Ca | Mg | Pr | Nd | Dy | Ce | Gd | Fe |
| 1# | 0.05 | 0.1 | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 10 | 100 | 10 | 5 | 5 | 870 |
| 2# | 0.5 | 0.5 | 0.5 | 0.5 | 0.5 | 0.5 | 0.5 | 0.5 | 0.5 | 0.5 | 0 | 100 | 0 | 150 | 50 | 695 |
| 3# | 1 | 2 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 20 | 200 | 20 | 50 | 50 | 650 |
| 4# | 5 | 10 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 50 | 300 | 50 | 20 | 20 | 505 |
| 5# | 10 | 25 | 10 | 10 | 10 | 10 | 10 | 10 | 10 | 10 | 100 | 230 | 100 | 10 | 10 | 435 |
| 6# | 20 | 50 | 20 | 20 | 20 | 20 | 20 | 20 | 20 | 20 | 5 | 380 | 5 | 5 | 5 | 370 |

表3

|  |  |
| --- | --- |
| 标号 | 各元素含量 /（%）　　　 |
| B | Co | Al | Cu | Cr | Ni | Mn | Ti | Ca | Mg | Pr | Nd | Dy | Ce | Gd | Fe |
| 1# | 0.005 | 0.01 | 0.005 | 0.005 | 0.005 | 0.005 | 0.005 | 0.005 | 0.005 | 0.005 | 1.0 | 10 | 1.0 | 0.5 | 0.5 | 87 |
| 2# | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 0 | 10 | 0 | 15 | 5 | 69.5 |
| 3# | 0.1 | 0.2 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 2 | 20 | 2 | 5 | 5 | 65 |
| 4# | 0.5 | 1 | 0.5 | 0.5 | 0.5 | 0.5 | 0.5 | 0.5 | 0.5 | 0.5 | 5 | 30 | 5 | 2 | 2 | 50.5 |
| 5# | 1 | 2.5 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 10 | 23 | 10 | 1 | 1 | 43.5 |
| 6# | 2 | 5 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 0.5 | 38 | 0.5 | 0.5 | 0.5 | 37 |

8.5.2空白试液用标准系列溶液的配制

分别移取钴标准贮存溶液Ⅲ（5.10）、钛标准溶液Ⅲ（5.21）、混合标准溶液Ⅲ（5.30）于100mL容量瓶中，加入盐酸（5.5）9 mL及硝酸（5.6）3 mL，用水稀释至刻度，混匀。此标准系列溶液浓度见表4。

表4

|  |  |
| --- | --- |
| 标号 | 各元素浓度 /（μg /mL）　　　 |
| B | Co | Al | Cu | Cr | Ni | Mn | Ti | Ca | Mg |
| 1# | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 2# | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 |
| 3# | 0.5 | 0.5 | 0.5 | 0.5 | 0.5 | 0.5 | 0.5 | 0.5 | 0.5 | 0.5 |

8.6 测定

8.6.1 各推荐分析谱线见表4

表4 推荐分析谱线波长

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 分析线/nm | 元素 | 分析线/nm |
| B | 249.773 | Cr | 267.716 |
| 208.959 | Ni | 216.556 |
| Co | 228.616 | 231.603 |
| 237.862 | Mn | 257.610 |
| Cu | 224.700 | Ti | 336.121 |
| Al | 327.396 | Ca | 393.366 |
| 237.312 | Mg | 279.553 |

8.6.2 工作曲线的绘制

在选定仪器工作条件下，将试样测定用标准系列溶液（8.5.1）和空白试液用标准系列溶液（8.5.2）用选定的分析谱线进行氩等离子体光谱测定。以待测元素光信号强度为纵坐标，系列标准溶液质量浓度为横坐标，绘制工作曲线，线性相关系数应不小于0.9995。

8.6.3 空白试液的测定

在工作曲线（8.6.2）符合测定的要求后，将空白试验用溶液（8.3）用选定的分析谱线进行氩等离子体光谱测定。仪器根据工作曲线，自动进行数据处理，计算并输出空白试液中待测元素的质量浓度。

8.6.4 分析试液的测定

在工作曲线（8.6.2）符合测定的要求后，将分析试液（8.4.2）用选定的分析谱线进行氩等离子体光谱测定。仪器根据工作曲线，自动进行数据处理，计算并输出分析试液中待测元素的质量浓度。

1. 试验数据处理

计算样品中待测元素的质量分数ω(%)：

 $ω\left(MeO\right)=\frac{m\_{1}-m\_{2}}{m\_{0}}×\frac{(ρ\_{1}-ρ\_{0})×V\_{0}×V\_{2}×10^{-6}}{m×V\_{1}}×100×k$…………………………………（1）

式中：

Me——被测元素；

m1——瓷蒸发皿及灼烧后样品的质量，单位为克（g）；

m2——瓷蒸发皿质量，单位为克（g）；

m3——样品灼烧前的质量，单位为克（g）；

ρ1 ——自工作曲线上查得分析试液（8.4.2）中各元素的质量浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

ρ0 ——自工作曲线上查得空白溶液（8.3）中各元素的质量浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

V0 ——试液（8.4.1）的总体积，单位为毫升（mL）；

V2——分析试液（8.4.2）的体积，单位为毫升（mL）；

m——试料的质量，单位为克（g）；

V1——分取试液（8.4.1）的体积，单位为毫升（mL）。

k ——各元素氧化物与其单质的转换系数，见表5，若报单质元素，则k值为1。

表5

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | B（B2O3） | Co（Co2O3） | Cu（CuO） | Al（Al2O3） | Cr（Cr2O3） | Ni（NiO） | Mn（MnO2） | Ti（TiO2） | Ca（CaO） | Mg（MgO） |
| *k* | 3.2202 | 1.4072 | 1.2518 | 1.8895 | 1.4616 | 1.2726 | 1.5825 | 1.6678 | 1.3990 | 1.6583 |

两次平行测定结果的绝对差值不大于表5中相应重复性限时，取其平均值为测定结果。当结果小于1.00%时，保留两位有效数字；当结果不小于1.00 %时，保留至小数点后两位，数值修约按GB/T 8170的规定执行。

1. 精密度

10.1精密度原始数据及统计

精密度数据是在2024年，由8家实验室对钕铁硼废料中硼、钴、铝、铜、铬、镍、锰、钛、钙、镁含量6个不同水平样品进行协同试验确定的。每个实验室对钕铁硼废料中硼、钴、铝、铜、铬、镍、锰、钛、钙、镁含量每个水平在重复性条件下独立测定11次。试验数据按GB/T 6379.2进行统计分析。

10.2 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（*r*），超过重复性限（*r*）的情况不超过5 %。重复性限（*r*）按表6数据采用线性内插法或外延法求得：

表6 重复性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素名称 | 质量分数% | 重复性限（r）% | 元素名称 | 质量分数% | 重复性限（r）% |
| B |  |  | Ni |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
| Co |  |  | Mn |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
| Al |  |  | Ti |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
| Cu |  |  | Ca |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
| Cr |  |  | Mg |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
| 注：重复性限（r）为2.8×Sr，Sr为重复性标准差。 |

10.3 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（*R*），超过再现性限（*R*）的情况不超过5 %，再现性限（*R*）按表7数据采用线性内插法或外延法求得：

表7 再现性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素名称 | 质量分数% | 再现性限（R）% | 元素名称 | 质量分数% | 再现性限（R）% |
| B |  |  | Ni |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
| Co |  |  | Mn |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
| Al |  |  | Ti |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
| Cu |  |  | Ca |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
| Cr |  |  | Mg |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |