镨钕金属化学分析方法

碳、铁、钼、铝、硅和镨含量的测定

火花放电原子发射光谱法

编制说明（送审稿）

钢研纳克检测技术股份有限公司

2024年10月30日

镨钕金属化学分析方法

碳、铁、钼、铝、硅和镨含量的测定

火花放电原子发射光谱法

编制说明（送审稿）

**一、工作简况**

**1.1任务来源**

2021年4月在长沙全国稀土标准项目论证会上，钢研纳克检测技术股份有限公司提出了稀土行业标准《镨钕金属化学分析方法 碳、铁、钼、铝、硅和镨含量的测定 火花放电原子发射光谱法》的立项建议，得到了稀土标准化委员会和稀土行业的广泛关注，项目入选2022年第三批产业优化升级标准项目计划。《镨钕金属化学分析方法 碳、铁、钼、铝、硅和镨含量的测定 火花放电原子发射光谱法》由全国稀土标准化技术委员会负责归口，由钢研纳克检测技术股份有限公司负责起草。虔东稀土集团股份有限公司、乐山有研稀土新材料有限公司、包头瑞鑫稀土金属材料股份有限公司、包头市三隆稀有金属材料有限责任公司、包头市英思特稀磁新材料股份有限公司、宁波市计量测试研究院、北方中鑫安泰新材料(内蒙古)有限公司共7家单位协助起草，后包头市英思特稀磁新材料股份有限公司和宁波市计量测试研究院两家单位退出，报请稀标委秘书处同意钢研纳克江苏检测技术研究院有限公司加入作为共同起草单位。该项目计划编号为2022-1742T-XB 工信厅科函〔2022〕312号，项目计划完成时间为2024年。

**1.2任务背景**

镨钕金属是各种稀土金属材料中生产和用量较大的一种，主要用于钕铁硼磁性材料和有色合金添加剂。镨钕金属中的稀土主量元素及杂质元素的含量决定了稀土金属的性能和价值，同时影响后续稀土功能材料的性能。目前通用的检测方法是用高频红外吸收法测定其中的C元素含量，采用电感耦合等离子体发射光谱法或其他化学分析方法测定稀土配分及其他元素含量。这两种方法检测速度无法满足稀土金属冶炼过程对质量控制的要求，且需要使用助熔剂、酸碱等化学试剂，对环境影响较大，检测材料和人工成本高。

本标准将火花放电原子发射光谱技术应用于镨钕金属成分分析，实现了一台仪器同时完成镨钕金属中包括碳、铁、钼、铝、硅和镨在内的主要控制元素的成分测定，直接分析固体金属，无需用到化学试剂，环境友好。检测时间大大缩短，单个样品检测时间不超过3分钟，可以大大提高镨钕金属生产和加工企业的检测效率。制定本标准可以填补国内外稀土金属快速检测方法的标准空白，有利于稀土金属冶炼、加工行业提高检测效率，降低检测成本，进而推动稀土行业技术进步。

作为本标准的起草单位，钢研纳克检测技术股份有限公司为中国仪器仪表行业协会副理事长单位等，具有几十年的分析测试仪器研发生产经验，主要产品有火花直读光谱仪、红外碳硫分析仪、氧氮氢分析仪、电感耦合等离子体发射光谱仪、电感耦合等离子体质谱仪、X射线荧光光谱仪、LIBS激光原位分析仪等多品类化学分析仪器，其中火花直读光谱仪获得2024年国家工信部单项冠军产品。公司仪器在稀土行业也有广泛应用，如稀土金属快速分析仪、稀土金属高速全自动分析系统、手持式稀土快检仪、稀土配分在线分析仪等均获得了广泛的应用，其中以火花放电原子发射光谱法为测试原理的稀土金属快速分析仪及稀土金属高速全自动分析系统获得2023年度中国稀土学会和中国稀土行业协会共同颁发的稀土科学技术奖一等奖。

**1.3标准编制工作组单位和工作成员及其所作的工作**

本文件起草单位有：钢研纳克检测技术股份有限公司、虔东稀土集团股份有限公司、包头瑞鑫稀土金属材料股份有限公司、乐山有研稀土新材料有限公司、钢研纳克江苏检测技术研究院有限公司、包头市三隆稀有金属材料有限责任公司、北方中鑫安泰新材料(内蒙古)有限公司。

其中钢研纳克检测技术股份有限公司负责提供绘制曲线所需的标准样品和条件试验所需的砂带机和砂带，同时负责统一样品的收集和分发，分析方法的试验研究，样品测试结果的收集和处理，标准文本、试验报告和编制说明的撰写。虔东稀土集团股份有限公司、乐山有研稀土新材料有限公司、包头瑞鑫稀土金属材料股份有限公司为一验实验室，负责对试验报告中的条件试验进行验证，提供精密度测试数据，并对标准文本提出修改意见。钢研纳克江苏检测技术研究院有限公司、包头市三隆稀有金属材料有限责任公司、北方中鑫安泰新材料(内蒙古)有限公司为二验实验室，负责提供精密度试验数据，并对标准文本提出修改意见。

**主要起草人姓名及其负责的工作：**贾云海负责实验方案的总体设计、数据汇总分析及标准文本编制和征集意见答复的总体指导；史玉涛负责实验方案的总体设计、数据汇总具体过程，标准文本、编制说明和征集意见汇总答复的撰稿工作，同时负责答复验证单位实验过程中的技术问题，张翘楚负责实验样品的收集、处理和委托第三方测试，以及起草单位与秘书处、各验证单位间的联络和线上讨论会召集工作；温斌、朱晓婷、薛琪、颜浩、何成洋、金呈、周伟、王昊、靳宏霞负责实验方案验证及精密度实验工作。

**1.3.1 钢研纳克检测技术股份有限公司**

钢研纳克检测技术股份有限公司（简称“钢研纳克”）（股票代码：300797）成立于2001年，前身起源于1952年的重工业部钢铁工业试验所，是我国冶金分析测试技术的摇篮，是国务院国资委直接管辖的中央企业中国钢研科技集团有限公司所属分析测试产业平台（二级单位）。公司总部位于北京，在北京、上海、山东、四川、江苏、辽宁、湖南、陕西、河北、以及德国拥有研发生产基地和检测试验室，并设有覆盖全国的直属营销和售后服务网点，主要服务或产品涵盖检测服务、认证评价、分析仪器、标准物质、无损装备、能力验证、计量校准、腐蚀防护工程与产品，以及其他检测延伸服务，为客户提供最完善、便捷的一站式综合性解决方案。

公司是国内金属材料检测领域业务门类齐全的测试研究机构之一。公司拥有“国家钢铁材料测试中心”、“国家钢铁产品质量检验检测中心”、“国家冶金工业钢材无损检测中心”、“国家先进钢铁材料产业计量测试中心”四个国家级检测中心和“国家新材料测试评价平台——钢铁行业中心”、“金属新材料检测与表征装备国家地方联合工程试验室”、“工业（特殊钢）产品质量控制和技术评价试验室”、“国家新材料测试评价平台(苏州区域中心)”四个国家级科技创新平台。“青岛海水大气环境材料腐蚀国家野外科学观测研究站”及“格尔木盐湖水环境材料腐蚀国家野外科学观测研究站”两个国家级科学观测研究站。公司的技术力量雄厚，国际互认度高。公司拥有NADCAP、中国商飞、中国商发、中国航发、Rolls-Royce、Honeywell、Ford等众多资质认证。

公司还是中国应急分析测试平台金属子平台的牵头单位、首都科技条件平台新材料领域平台成员单位、北京市生产安全事故调查技术支撑单位、中关村开放试验室核心成员等。

公司在行业内具有较高的地位。在第三方检测服务领域，公司为中国金属学会分析测试分会及无损检测分会秘书处单位、中国防腐与防护学会副理事长单位、中国分析测试协会副理事长单位、中国新材料测试评价联盟发起单位与副理事长单位、北京材料分析测试服务联盟发起单位、中关村材料试验技术联盟（CSTM）理事单位等；在检测分析仪器领域，公司为中国仪器仪表行业协会副理事长单位等；在能力验证服务领域，公司为CNAS试验室专门委员会能力验证专业委员会秘书处、CUPT能力验证联盟理事长单位、国家标准验证点（钢铁新材料）单位等。在计量校准服务领域，公司为国家钢铁材料计量站单位、全国碳达峰碳中和计量技术委员会钢铁计量分技术委员会秘书处单位；同时，公司为全国钢标准化技术委员会钢铁及合金化学成分测定分技术委员会秘书处。

公司牵头制修订9项国际标准、参与制修订国际标准20余项、制定220余项国家及行业标准。公司是TC183/SC5国家钢标委钢铁化学成分测定分技术委员会秘书处实际承担单位及ISO TC17/SC1国内对口单位。公司充分发挥技术研发优势，承担了大量的国家重大课题，近五年承担的国家科学技术部、工业和信息化部、发改委、中国工程院及国家自然科学基金委等项目达124项，公司检测技术及其产品获得国家级奖项5项、省部级重大奖项53项。截至2023年10月，公司拥有有效授权专利257项，国际专利12项，拥有软件著作权78项。

钢研纳克致力于材料产业质量基础设施建设，以质量评价为导引，标准为基础，表征数据为依托，打造产业生态体系，推动中国材料产业高质量发展。

**1.3.2 虔东稀土集团股份有限公司**

虔东稀土集团股份有限公司，始创于1988年，致力于稀土资源及其应用产品开发和产业化，是稀土基础材料、稀土功能材料及应用、稀土加工装备等领域的高科技企业。

公司已建立了较完整的科研、试验、生产、检测体系，具有国内先进水平的稀土分离、金属、磁性材料、结构陶瓷、发光材料、催化剂材料、资源回收和加工设备制造等生产线。公司已形成集稀土基础材料、稀土功能材料、稀土应用产品和稀土加工装备制造为一体的稀土应用开发产业链。公司自创办以来，紧紧依靠科技进步，先后组织实施了国家“863计划”、国家“973”计划、国家“星火计划”、国家“火炬计划”、国家“重点新产品”、国家“创新基金计划”等70多项国家、省、市级新产品的研制和开发项目。公司已获得各类专利146件，其中有效发明专利51件，主持国家和行业标准30余件。

公司已通过ISO9001、ISO14001、ISO16949、安全生产标准化、企业知识产权管理规范、AEO认证、CNAS认证，是国家高新技术企业，拥有国家级企业技术中心、国家级博士后工作站、江西省陶瓷材料重点试验室、省级示范院士工作站等国家、省级科研、人才平台。公司先后被评为“全国优秀民营科技企业”、“国家级高新技术企业”、“国家知识产权示范企业”、“全国两化融合示范企业”、“国家技术创新示范企业”、“全国工业品牌培育示范企业”、“江西省‘百强企业’”、“赣州市市长质量奖”、“国家火炬计划重点高新技术企业”、“江西省资源节约 先进集体”、“江西省信息化工作先进单位”、“光彩之星”、“企业文化建设优秀单位”、 “‘十五’制造业信息化重点示范企业”、“‘十五’期间安全生产先进单位”、“中国质量诚信企业”等荣誉称号。

**1.3.3 包头瑞鑫稀土金属材料股份有限公司**

包头瑞鑫稀土金属材料股份有限公司经内蒙古自治区工商局批准注册，于 2002年 8月21日正式成立。股权结构为中国北方稀土(集团)高科技股份有限公司(52.87%)、瑞科稀土冶金及功能材料国家工程研究中心有限公司(43.03%)、包头稀土研究院(4.1%)，注册资本4880万元。

公司位于包头稀土开发区，主营产品为镨钕金属、金属钕及中重稀土类产品，年生产规模10000吨以上，是国内外稀土金属生产的龙头企业、世界稀土镨钕金属产能最大的生产企业。公司拥有多项发明专利和实用新型专利，是国家级高新技术企业、安全生产标准化二级企业(有色稀有金属冶炼)，内蒙古高温稀土冶金工程技术研究中心依托单位，自治区清洁生产示范企业，公司已通过了质量、环境、安全、职业健康及能源管理体系认证。

公司现有员工391名，其中全民合同工65名，自主用工77名，劳务派遣工249名，专业技术人员32人。管理部门4个技术中心1个，电解车间2个，辅助车间2个。公司运行5条电解生产线，所用的生产工艺是拥有自主知识产权的1.8万安稀土金属及合金熔盐电解专利技术及2020年研发的新型单阴极10KA电解槽专利技术。通过多年的技术进步和管理提升，生产规模和工艺技术水平及产品质量处于国内领先地位。

**1.3.4 乐山有研稀土新材料有限公司**

乐山有研稀土新材料有限公司成立于2006年，主要从事稀土金属及合金制备生产，生产能力3000t/a，项目采用绿色、环保的氧化物电解工艺，主要产品有金属镧、金属铈、金属镨、金属钕和镨钕合金等。

近年来，乐山有研抓住稀土产业淘汰落后产能的政策导向，实现了产业升级调整，在技术水平、产品品质等方面达到了国内较高水平，一举实现在国内市场的快速扩张，并得到国内外客户的高度认可，形成了国内外市场良性发展的可喜局面。

作为长期从事稀土材料开发应用单位，乐山有研牵头制定了《镧铈金属》国家标准，参与《高纯金属镝》、《高纯金属铽》、《高纯金属铒》等20余项稀土标准的制修订工作。拥有多名经验丰富的标准制修订专家。

**1.3.5 钢研纳克江苏检测技术研究院有限公司**

钢研纳克江苏检测技术研究院有限公司于2018年成立，是钢研纳克检测技术股份有限公司的全资子公司，属于中央企业。公司依托国家钢铁材料测试中心、国家钢铁产品质量检验检测中心、国家冶金工业钢材无损检测中心、国家先进钢铁材料产业计量测试中心、国家新材料测试评价平台——钢铁行业中心、国家新材料测试评价平台——苏州区域中心的优势资源，致力于打造成精密分析仪器研发中心和制造中心，建设成国际一流的材料检测认证评价服务平台。

公司分析仪器产品主要包括：火花源原子发射光谱仪、气体分析仪、电感耦合等离子体光谱仪、电感耦合等离子体质谱仪、波长色散X射线荧光光谱仪等，其中火花源原子发射光谱仪荣获工信部制造业单项冠军产品。公司业务涵盖钢铁、冶金、有色、机械、航空航天、核电、轨道交通、新材料、新能源、环境、食品、石化等多个领域，可以为众多行业客户提供优质的解决方案。

公司检测评价服务涵盖材料全产业链及生命周期，主要业务包括：物理检测、成分分析、经典仲裁分析、力学检测、相分析、无损检测、腐蚀试验、失效分析、焊接评定、环境可靠性检测、复合材料检测、半导体材料检测及试样加工等。公司拥有专业的技术团队，为客户提供综合的材料检测评价服务。

展望未来，公司将继续坚持创新驱动、质量为本的发展理念，不断提升自身的技术实力和服务水平。公司将进一步加强与国内外科研机构和企业的合作，拓展业务领域，提升国际竞争力，为客户提供更加优质、高效的服务。

**1.3.6 包头市三隆稀有金属材料有限责任公司**

包头市三隆稀有金属材料有限责任公司成立于2008年6月30日并于2022年5月28日纳入上市国有控股企业盛和资源控股股份有限公司旗下，公司注册资金1800万元,。公司主要从事高端稀土永磁材料用稀土金属、混合动力汽车电池用稀土金属以及钢铁有色冶金用稀土金属及其合金的研发、生产与销售，是一家集生产、研发、销售于一体的高新技术企业，拥有专业的研发团队，先后被内蒙古经济和信息化工作委员会、内蒙古自治区科技厅认定为“自治区企业技术中心”、“2017年度内蒙古自治区企业研发中心”。产品品种、产量、质量在全国同类企业中均居于靠前地位，并与全国各大永磁材料及电池企业建立了长期稳定的合作关系，产品远销日本、欧美等国家和地区。

公司位于包头稀土高新区稀土产业园区，占地面积30亩，绿化面积2950平方米，总建筑面积10576平方米。

公司一直秉持“专业、专注、专心”的经营理念、致力于打造高品质稀土产品，助力新材料产业发展，力争成为行业标杆。

**1.3.7北方中鑫安泰新材料(内蒙古)有限公司**

北方中鑫安泰新材料(内蒙古)有限公司成立于2017年，注册资金5000万，位于包头市稀土开发区稀土应用产业园内，厂区占地面积70亩，现有员工136人，其中管理人员9人，工程师2人，专业技术人员15人。公司是专业从事稀土金属的创新、研发、生产、销售及对外贸易的高新技术企业，具备年生产稀土金属3000吨，氢碎粉处理15000吨的能力。主要生产各类高纯单一稀土金属和稀土合金，其中单一稀土金属有镧、铈、镨、钕、钆，稀土合金有镧铈合金、镨钕金属、镧铁合金、混合稀土金属等。公司下设一个全资子公司——包头市博钇检测有限公司，是与中国稀土产品质量监督检测研究院共建的检测化验中心，是稀土行业内权威的第三方检测机构。

公司重视研发与创新，在研发团队的努力下已获得1项发明专利和7项实用新型专利，另还有1项发明专利和1项实用新型专利正在受理中，并在国内2019年度科技成果评估中，获得3项国内和4项国内先进科技成果。公司现有注册商标“中鑫安泰”，已通过了ISO9001质量管理体系认证，ISO14001环境管理体系认证和OHSAS18001职业健康安全管理体系认证。

公司于2018年被工信部评为“稀土产业转型升级试点单位”，2019年被评为“高新技术企业”。中鑫安泰现是“稀土标准化委员会成员单位”，参与主导了多项稀土行业标准的制定。还是“包头稀土产业联盟骨干成员单位”、包头市稀土高新区“绿色通道”企业、“内蒙古科技大学冶金工程卓越计划校外实践教学基地”、“南方稀土集团的战略合作单位”。

**1.4主要工作过程**

钢研纳克检测技术股份有限公司在接到该标准制订任务后，立即组织骨干人员成立了标准编制组，制定了该标准的研究内容、技术路线、任务分工和进度安排。

主要工作过程经历以下阶段：

**1.4.1 预研阶段**

自2017年起，钢研纳克检测技术股份有限公司开展了将火花放电原子发射光谱技术应用于稀土金属检测的一系列研究工作，包括镨钕金属、镧铈金属、金属镧、金属铈、镝铁合金、钆铁合金、钬铁合金等稀土材料的谱线选择、谱线干扰、激发条件、制样方式等内容，并对火花放电原子发射光谱仪进行针对性改造，研制出了专门用于稀土金属检测的稀土金属快速分析仪。针对稀土金属火花冶炼企业检测量大的现实需求，研制出了集上样、制样、分析、称重、打标、分拣等多功能于一体的稀土金属高速全自动分析系统。稀土金属快速分析仪和稀土金属高速全自动分析系统在内蒙古、四川、甘肃、江西、山西等地多家稀土金属火法冶炼和加工企业获得了广泛应用。

为了检验方法通用性并提升使用单位的应用水平和技术能力，钢研纳克检测技术股份有限公司应用收集的50余块镨钕金属样品在北京、包头、白银等地多家实验室进行了精密度预研实验，并进行了数据汇总统计，获得了不错的效果，验证了方法的适用性。

**1.4.2 立项阶段**

2021年4月在长沙全国稀土标准项目论证会上，钢研纳克检测技术股份有限公司提出了稀土行业标准《镨钕金属化学分析方法 碳、铁、钼、铝、硅和镨含量的测定 火花放电原子发射光谱法》的立项建议，得到了稀土标准化委员会和稀土行业的广泛关注，项目入选2022年第三批产业优化升级标准项目计划。该项目计划编号为2022-1742T-XB 工信厅科函〔2022〕312号，项目计划完成时间为2024年。

**1.4.3 起草阶段**

（1）任务落实

2023年02月全国稀土标准化技术委员会在海南省海口市召开了第一次全国稀土标准工作会议，会上对《镨钕金属化学分析方法 碳、铁、钼、铝、硅和镨含量的测定 火花放电原子发射光谱法》进行了任务落实。确定了由钢研纳克检测技术股份有限公司负责《镨钕金属化学分析方法 碳、铁、钼、铝、硅和镨含量的测定 火花放电原子发射光谱法》的起草工作，由虔东稀土集团股份有限公司、乐山有研稀土新材料有限公司、包头瑞鑫稀土金属材料股份有限公司、包头市三隆稀有金属材料有限责任公司、包头市英思特稀磁新材料股份有限公司、宁波市计量测试研究院、北方中鑫安泰新材料(内蒙古)有限公司7家单位协助起草（后包头市英思特稀磁新材料股份有限公司和宁波市计量测试研究院两家单位退出，报请稀标委秘书处同意钢研纳克江苏检测技术研究院有限公司加入），同时确定了样品提供单位、制定计划、时间节点等事项，并形成了任务落实会的会议纪要。

（2）项目启动

在钢研纳克检测技术股份有限公司内部讨论并电话（或微信）征集共同起草单位意见基础上，钢研纳克检测技术股份有限公司撰写了项目实施方案草案，并于2023年4月召开由各起草单位与全国稀土标准化委员会宋冠禹秘书长共同参与的线上项目启动会。会上介绍了建立参与单位沟通机制、信息汇总、试验样品准备、成立标准工作组和试验小组、试验样品传递、样品测试、试验结果收集及整理、结果统计等内容，收到各方的意见与建议共计16条，2023年5月对收集到的意见与建议进行了书面回复。

（3）样品收集及试验研究

钢研纳克检测技术股份有限公司负责绘制曲线样品和统一样品的收集，2023年2月~2023年4月共收集到26种样品，经检验样品均匀性较好，将样品送至国家钢铁材料测试中心进行碳、铁、钼、铝、硅和镨元素化学成分定值。为减小测定结果不确定度，采用双人双样法进行定值。各元素定值所用方法汇总如下：

Fe: XB/T 617.3-2014 (ICP-AES)、GB/T 12690.5-2017 (ICP-AES)

Al: NACIS/C H 083-2019 (ICP-MS)

Mo: NACIS/C H 088-2020 (ICP-MS)

Si: GB/T 12690.5-2017 (ICP-AES)

Pr: XB/T 617.2-2014 (ICP-AES)

C: GB/T 20123-2006(红外吸收法)

初步选取其中25块样品用于绘制工作曲线，6块样品用作精密度实验样品。

2023年4月~2023年7月，本编制组开展了大量研究工作，包括镨钕金属激发参数、分析谱线与参比谱线选择、制样方式选择等，形成了标准文件和试验方案草案。

（4）试验验证

2023年7月，本编制组将试验报告草案发给一验实验室征求意见。在汇总各参与单位意见和建议基础上，本编制组对试验方案进行了修改，并将试验方案分为条件试验和精密度试验两部分，2023年8月将条件试验方案和所需试验样品分发给一验实验室进行镨钕金属制样方法的条件试验验证。2024年1月召集由一验实验室和二验实验室共同参与的线上会议，通报了一验实验室条件试验统计结果并发布了精密度试验方案草案，会后根据各参与单位对精密度试验方案草案的意见和建议修改了精密度试验方案。

2024年1月将修改后的精密度试验方案和所需试验样品、统一样品和砂带研磨机、砂带一起寄给各验证单位开展验证试验。2024年3月各验证单位完成验证，本编制组汇总试验结果并形成标准文本征求意见稿和编制说明。

**1.4.4 征求意见阶段**

（1）本编制组通过发函、在中国有色金属标准质量信息网上公开和会议讨论等形式对《镨钕金属化学分析方法 碳、铁、钼、铝、硅和镨含量的测定 火花放电原子发射光谱法》标准征求意见稿进行意见征询，发送征求意见稿的单位数为26个，收到回函单位数26个，回函有意见或建议的单位数17个，回函无意见的单位数9个。

（2）在标准意见征询阶段，本编制组面向国内主要的镨钕金属生产厂家、用户、科研院所和第三方检测机构广泛征求意见。

**1.4.5 预审阶段**

2024年04月24日在重庆召开了稀土标准工作会议，会上对行业标准《镨钕金属化学分析方法 碳、铁、钼、铝、硅和镨含量的测定 火花放电原子发射光谱法》进行了预审，主审专家为刘鹏宇，会上专家讨论建议：

1.讨论标准名称后是否需备注“常规法”，结论是无需备注；

2.引言中关于“镨钕金属主要应用于磁性材料”的描述，放在前面，改为“主要应用于稀土永磁材料中”；

3.引言中“一种稀土金属”的描述，改为“一种混合稀土金属”；

4.引言中“本文件根据最新的标准化文件的结构和起草规则编写”改为“本文件按照标准化文件的结构和起草规则编写”；

5.表1中Fe元素的测定范围修改为“0.080-1.10”；

6.文件中涉及到的其他标准中的重要数据术语，需把相关具体表述放入正式文本第3部分术语和定义中，以减少读者查找工作。将原第8部分内容“校准和校正方法”全部放入术语和定义中；

7.正文4 方法提要的表述需重新考虑，如“被测元素”改为“被测元素和内标元素”，“内标元素强度”改为“内标元素的特征谱线强度”，可重点参考江西理工大学吴老师修改意见；

8.正文5.1中“无市售标准样品”改为“无市售有证标准样品”；5.4激发保护气中氩气纯度修改为99.995%；

9.正文5.6砂带删除，7.2中对研磨材料的表述放到6.2中；

10.将推荐分析条件放在附录中，推荐分析谱线与内标线放在正文，原表A.1增加一列“内标元素及内标线”，使分析谱线与内标线对应起来。若能查找到谱线理论波长，则将波长保留至小数点后2位，分析线与内标线小数位数一致；

11.正文9.3 校准部分参考标准GB/T 43607-2023中第8章内格式修改，增加操作顺序描述，额外说明不需要每次分析都重新做标准曲线。正文9.4小标题“试样分析”改为“测定”

12.正文12，13中精密度和正确度检验内容放置于附录中，删除15试验报告

13.对于绘制校准曲线样品与精密度实验样品重复较多问题，考虑适当减少部分绘制曲线样品和精密度样品，减少二者重叠，重新处理数据和计算。将修改方案发到专家群中审核；

14.删除附录B精密度实验原始结果，放在编制说明中即可；表B.5中，19#样品Si元素再现性差，需查找原始数据重新确认计算。

会后，根据专家意见和建议进行了修改，9月2日形成送审稿初版文件发送给国内主要的镨钕金属生产厂家、用户、科研院所和第三方检测机构再次征求意见。发送送审稿单位数共有16家，收到送审稿后，回函的单位数为16家，回函有意见或建议的单位数为4家，回函无意见的单位数为12家。2024年10月28日，稀标委秘书处邀请相关专家并召集本标准起草单位对标准修改情况进行了讨论，并给出了指导建议。会后再次修改了标准相关文件，2024年10月30日完成送审版文件。

**1.4.6 审查阶段**

**1.4.7 报批阶段**

**二、标准编制原则**

**2.1 符合性**

本文件严格按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》、GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》、GB/T 6379.2-2004《测量方法与结果的准确度》、ISO 5725.2-2019《Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results —Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method》的要求进行编制。结果统计和数据处理过程部分参考了ISO TR 21074-2016《Application of ISO 5725 for the determination of repeatability and reproducibility of precision tests performed in standardization work for chemical analysis of steel》。

**2.2 适用性和先进性**

依据GB/T 20892-2020《镨钕金属》产品标准的要求，并结合镨钕金属生产和使用的实际需求，确定测定元素和测定范围，提高了本标准的适用性，能很好地满足行业对镨钕金属中碳、铁、钼、铝、硅和镨含量的快速分析测试需求，提高了本标准的可操作性，标准达到了国际先进水平。

**2.3 标准研究的预期目标及主要技术路线**

本标准研究的预期目标为镨钕金属生产和应用单位提供一种快速准确的碳、铁、钼、铝、硅和镨含量的测定方法，包括分析条件、谱线选择、制样方法推荐、校准曲线绘制和标准化、分析结果的精密度和正确度检验等内容。

本标准研究的主要技术路线为通过汇总分析现有采用火花放电原子发射光谱法分析镨钕金属的单位的制样方法、分析条件、谱线选择等内容，制定试验方法草案和条件试验方案。首先在起草单位对试验方法和条件试验方案进行验证，确认方案可行性后，召集共同起草单位一起讨论，对试验方法和条件试验方案进行修改优化。然后先在起草单位和一验单位内部进行条件试验，确认最佳试验条件，充实试验方法。最后，在验证单位间传递精密度试验样品，各验证单位按照确定的试验方案进行精密度实验，并将结果反馈给起草单位。由起草单位进行结果汇总分析，撰写形成标准文本和编制说明征求意见稿。

**三、标准主要内容的确定依据及主要试验和验证情况分析**

本文件是首次制定，并且是在充分调研了镨钕金属生产和应用的实际情况以及相关标准、文献的基础上完成的。

**3.1 适用范围**

本标准适用于镨钕金属中碳、铁、钼、铝、硅和镨含量的测定，本标准的测定范围以国内现行的产品标准GB/T 20892-2020《镨钕金属》规定的各牌号元素含量范围为依据，并结合镨钕金属生产和使用的实际需求，在产品标准规定范围基础上进行了适当扩展。产品标准规定镨钕金属中钼的含量范围为不超过0.10，由于收集统一样品过程中难以找到较高钼含量的样品，本次精密度实验中所用统一样品钼最高含量为0.064。同时，产品标准中还规定了Nd，La，Ce，Sm，Mg，Ca，W，O等元素的含量范围，本标准暂未将这些元素纳入测定范围，主要原因在于：

* Nd为基体元素，火花放电原子发射光谱法测定元素含量时采用归一化算法，即扣除合金元素和杂质元素含量总和后，剩余含量作为基体元素含量。本标准测定范围中包含了合金元素Pr以及C、Fe、Mo、Al、Si共5个主要杂质元素，剩余的其它杂质元素含量很低，因而可将扣除合金元素Pr以及C、Fe、Mo、Al、Si 5个主要杂质元素含量所得结果当做基体元素Nd的含量，由此引入的误差很小，对于含量在65%-80%之间的Nd元素而言可忽略不计。
* La，Ce，Sm，Mg，Ca，W六个元素一般为冶炼前驱体中少量含有或由冶炼或取样工艺过程引入，在产品中含量很低且难以收集到具有合适含量梯度的样品，因而无法绘制工作曲线。
* O元素在产品中含量较低且其灵敏线位于远紫外区，光谱信号极其微弱，通常不采用火花放电原子发射光谱法进行分析。

**3.2 方法原理**

将制备好的块状样品在火花光源的作用下与对电极之间发生放电，在高温和惰性气氛中产生等离子体。被测元素原子被激发至高能态，当由高能级向低能级跃迁时产生特征谱线，测量选定的分析元素和内标元素特征谱线的光谱强度。根据样品中被测元素谱线强度（或与内标元素的强度比）与含量（或与内标元素的含量比）的关系，通过校准曲线计算被测元素的含量。

**3.3 试验情况**

**3.3.1制样方式条件试验**

在日常使用中，用火花放电原子发射光谱法分析镨钕金属的制样方式通常有砂带研磨机磨样和铣床加工样品两种，选择合适的制样条件，如砂带粒度、铣床转速和进给速度等参数对于获得平整的样品表面和良好的测定结果十分重要。

**3.3.1.1砂带粒度实验**

为了研究砂带粒度对测试结果精密度的影响，进行了砂带粒度对比实验，选取40、60、80目三种砂带，分别用于打磨两块均匀度良好的样品，然后测定打磨后样品的测试结果精密度，每种条件测定2组，每组测试10点。以2组测试结果RSD的平均值最小的元素个数最多的条件作为推荐制样条件。起草单位实验结果列于表1~2中，各一验实验室测试结果分别列于表3~8中，每块样品精密度最好的结果以灰色底纹表示，斜体数字代表该样品这一元素的两次测定结果RSD差异在2倍以上。

**表1 起草单位砂带粒度对比实验结果（PNMo-8）**

| 砂带粒度 | 统计结果 | C | Fe | Mo | Al | Si | Pr |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 含量参考值 | 0.021 | 0.146 | 0.061 | 0.015 | 0.018 | 23.725 |
| 40# | 第一次RSD% | 2.073 | 2.458 | 3.874 | 1.964 | 2.243 | 0.116 |
| 第二次RSD% | 2.848 | 2.645 | 3.398 | 2.963 | 2.243 | 0.156 |
| **RSD%平均值** | **2.461** | **2.552** | **3.636** | **2.464** | **2.243** | **0.136** |
| 60# | 第一次RSD% | 4.947 | 3.278 | 4.921 | 1.964 | 1.673 | 0.17 |
| 第二次RSD% | 3.402 | 2.588 | *11.049* | 1.964 | 2.807 | 0.114 |
| **RSD%平均值** | **4.175** | **2.933** | **7.985** | **1.964** | **2.240** | **0.142** |
| 80# | 第一次RSD% | 3.388 | 2.552 | 4.978 | 1.871 | 1.656 | 0.113 |
| 第二次RSD% | 2.188 | 2.371 | 2.538 | 15.058 | 2.849 | 0.150 |
| **RSD%平均值** | **2.788** | **2.462** | **3.758** | **8.465** | **2.253** | **0.132** |

**表2 起草单位砂带粒度对比实验结果（NCS203036）**

| 砂带粒度 | 统计结果 | C | Fe | Mo | Al | Si | Pr |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 含量参考值 | 0.090 | 1.480 | 0.0078 | 0.0087 | 0.045 | 30.82 |
| 40# | 第一次RSD% | 4.416 | 2.199 | 5.238 | 0 | 1.264 | 0.215 |
| 第二次RSD% | 4.457 | 2.138 | 8.108 | 0 | 1.589 | 0.156 |
| **RSD%平均值** | **4.437** | **2.169** | **6.673** | **0** | **1.427** | **0.186** |
| 60# | 第一次RSD% | 5.418 | 3.271 | 8.291 | 9.440 | 1.568 | 0.168 |
| 第二次RSD% | 2.825 | 1.990 | 9.463 | 0 | 0.933 | 0.191 |
| **RSD%平均值** | **4.122** | **2.631** | **8.877** | **4.720** | **1.251** | **0.180** |
| 80# | 第一次RSD% | 3.945 | 3.989 | 10.442 | 2.414 | 1.264 | 0.104 |
| 第二次RSD% | 5.784 | 2.397 | 10.278 | 2.414 | 1.184 | 0.183 |
| **RSD%平均值** | **4.865** | **3.193** | **10.360** | **2.414** | **1.224** | **0.144** |

**表3 一验实验室1砂带粒度对比实验结果（PNMo-8）**

| 砂带粒度 | 统计结果 | C | Fe | Mo | Al | Si | Pr |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 含量参考值 | 0.021 | 0.146 | 0.061 | 0.015 | 0.018 | 23.725 |
| 40# | 第一次RSD% | 6.077 | 1.497 | 4.449 | 2.451 | 1.747 | 0.095 |
| 第二次RSD% | 3.171 | 1.699 | 2.451 | 1.767 | 0 | 0.108 |
| **RSD%平均值** | **4.624** | **1.598** | **3.450** | **2.109** | **0.874** | **0.102** |
| 60# | 第一次RSD% | 1.673 | 2.971 | 6.312 | 3.800 | 0 | 0.114 |
| 第二次RSD% | 2.849 | 2.246 | 2.603 | 5.184 | 0 | 0.212 |
| **RSD%平均值** | **2.261** | **2.608** | **4.458** | **4.492** | **0** | **0.163** |
| 80# | 第一次RSD% | 4.108 | 2.618 | *22.326* | 3.688 | 0 | 0.339 |
| 第二次RSD% | 6.857 | 2.530 | 4.559 | 3.688 | 2.640 | 0.372 |
| **RSD%平均值** | **5.482** | **2.574** | **13.442** | **3.688** | **1.320** | **0.356** |

**表4 一验实验室1砂带粒度对比结果（PNMo-7）**

| 砂带粒度 | 统计结果 | **C** | **Fe** | **Mo** | **Al** | **Si** | **Pr** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 含量参考值 | **0.038** | **0.414** | **0.054** | **0.013** | **0.033** | **23.917** |
| 40# | 第一次RSD% | 2.328 | 2.173 | 4.417 | 9.353 | 0 | 0.244 |
| 第二次RSD% | 1.852 | 2.025 | 3.453 | 7.154 | 2.481 | 0.225 |
| **RSD%平均值** | **2.090** | **2.099** | **3.935** | **8.254** | **1.240** | **0.234** |
| 60# | 第一次RSD% | 2.613 | 2.544 | 2.846 | 7.465 | 1.768 | 0.274 |
| 第二次RSD% | 1.859 | 1.798 | *7.449* | 8.754 | 0.991 | 0.168 |
| **RSD%平均值** | **2.236** | **2.171** | **5.148** | **8.110** | **1.380** | **0.221** |
| 80# | 第一次RSD% | 1.572 | 1.770 | 5.088 | 4.444 | 1.495 | 0.300 |
| 第二次RSD% | 1.964 | 1.510 | 2.143 | 2.946 | 0.985 | 0.151 |
| **RSD%平均值** | **1.768** | **1.640** | **3.616** | **3.695** | **1.240** | **0.226** |

**表5 一验实验室2砂带粒度对比实验结果（PNMo-8）**

| 砂带粒度 | 统计结果 | **C** | **Fe** | **Mo** | **Al** | **Si** | **Pr** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 含量参考值 | 0.021 | 0.146 | 0.061 | 0.015 | 0.018 | 23.725 |
| 40# | 第一次RSD% | 3.449 | 3.557 | 3.766 | 2.934 | 2.452 | 0.326 |
| 第二次RSD% | 2.824 | 2.839 | 2.388 | 2.934 | 2.703 | 0.242 |
| **RSD%平均值** | **3.136** | **3.198** | **3.077** | **2.934** | **2.578** | **0.284** |
| 60# | 第一次RSD% | 3.865 | 1.198 | 2.556 | 1.767 | 2.452 | 0.166 |
| 第二次RSD% | 2.983 | 2.381 | 4.920 | 1.767 | 2.129 | 0.266 |
| **RSD%平均值** | **3.424** | **1.790** | **3.738** | **1.767** | **2.290** | **0.216** |
| 80# | 第一次RSD% | 6.086 | 2.782 | 3.314 | 4.536 | 2.452 | 0.143 |
| 第二次RSD% | 2.503 | 1.574 | 4.202 | 5.184 | 2.635 | 0.200 |
| **RSD%平均值** | **4.294** | **2.178** | **3.758** | **4.860** | **2.544** | **0.172** |

**表6 一验实验室2砂带粒度对比实验结果（NCS203036）**

| 砂带粒度 | 统计结果 | **C** | **Fe** | **Mo** | **Al** | **Si** | **Pr** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 含量参考值 | 0.090 | 1.480 | 0.0078 | 0.0087 | 0.045 | 30.820 |
| 40# | 第一次RSD% | 3.567 | 2.674 | 6.723 | 3.310 | 1.142 | 0.160 |
| 第二次RSD% | 3.048 | 1.040 | 5.019 | 1.989 | 0.999 | 0.253 |
| **RSD%平均值** | **3.308** | **1.857** | **5.871** | **2.650** | **1.070** | **0.207** |
| 60# | 第一次RSD% | 3.444 | 1.673 | 4.872 | 7.713 | 0.755 | 0.151 |
| 第二次RSD% | 3.101 | 3.185 | 8.571 | 1.964 | 1.355 | 0.302 |
| **RSD%平均值** | **3.272** | **2.429** | **6.722** | **4.838** | **1.055** | **0.226** |
| 80# | 第一次RSD% | 3.265 | 1.561 | 4.514 | 0 | 1.122 | 0.223 |
| 第二次RSD% | 3.082 | 1.201 | 4.514 | 0 | 0.751 | 0.270 |
| **RSD%平均值** | **3.174** | **1.381** | **4.514** | **0** | **0.936** | **0.246** |

**表7 一验实验室3砂带粒度对比实验结果（PNMo-8）**

| 砂带粒度 | 统计结果 | **C** | **Fe** | **Mo** | **Al** | **Si** | **Pr** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 含量参考值 | 0.021 | 0.146 | 0.061 | 0.015 | 0.018 | 23.725 |
| 40# | 第一次RSD% | 4.592 | 1.981 | 4.505 | 4.774 | 4.743 | 0.352 |
| 第二次RSD% | 4.728 | 2.144 | 4.117 | 4.341 | 4.273 | 0.241 |
| **RSD%平均值** | **4.660** | **2.062** | **4.311** | **4.558** | **4.508** | **0.296** |
| 60# | 第一次RSD% | 4.253 | 2.658 | 4.294 | 5.752 | 3.787 | 0.354 |
| 第二次RSD% | 4.189 | 2.155 | 4.748 | 5.182 | 4.472 | 0.416 |
| **RSD%平均值** | **4.221** | **2.406** | **4.521** | **5.467** | **4.130** | **0.385** |
| 80# | 第一次RSD% | 6.295 | 1.156 | 4.748 | 6.028 | 6.032 | 0.612 |
| 第二次RSD% | 5.378 | 3.565 | 5.085 | 6.219 | 5.634 | 0.417 |
| **RSD%平均值** | **5.836** | **2.360** | **4.916** | **6.123** | **5.833** | **0.514** |

**表8 一验实验室3砂带粒度对比实验结果（NCS203036）**

| 砂带粒度 | 统计结果 | **C** | **Fe** | **Mo** | **Al** | **Si** | **Pr** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 含量参考值 | 0.090 | 1.480 | 0.0078 | 0.0087 | 0.045 | 30.820 |
| 40# | 第一次RSD% | 4.598 | 2.043 | 5.043 | 4.680 | 4.989 | 0.371 |
| 第二次RSD% | 3.506 | 1.181 | 3.984 | 4.853 | 4.344 | 0.576 |
| **RSD%平均值** | **4.052** | **1.612** | **4.514** | **4.755** | **4.666** | **0.474** |
| 60# | 第一次RSD% | 4.098 | 2.090 | 4.976 | 5.071 | 3.867 | 0.532 |
| 第二次RSD% | 3.578 | 1.528 | 4.472 | 4.863 | 3.433 | 0.352 |
| **RSD%平均值** | 3.838 | 1.809 | 4.724 | 4.967 | 3.650 | 0.442 |
| 80# | 第一次RSD% | 4.098 | 2.090 | 4.976 | 5.071 | 3.867 | 0.231 |
| 第二次RSD% | 2.678 | 1.686 | 5.043 | 4.547 | 2.081 | 0.368 |
| **RSD%平均值** | **3.388** | **1.888** | **5.010** | **4.809** | **2.974** | **0.300** |

将起草单位及各各一验实验室不同砂带粒度下RSD平均值最小的元素个数汇总于表9中。

**表9 起草单位及各一验实验室砂带粒度实验结果**

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **砂带粒度** | **起草单位** | **一验1** | **一验2** | **一验3** | **总计** |
| **40#** | 5 | 4 | 3 | 7 | 19 |
| **60#** | 3 | 3 | 3 | 2 | 11 |
| **80#** | 4 | 5 | 6 | 3 | 18 |

从表中可以看出，砂纸粒度对测试结果精密度影响不大，因而采用砂带研磨机制样时，推荐采用40~80目砂带。

**3.3.1.2 铣床转速实验**

为了研究铣床转速对测试结果精密度的影响，进行了铣床转速对比实验，设定进给速度为60mm/min，对比转速分别为90r/min、187r/min、270r/min时样品测试结果精密度差异。每种条件测定2组，每组测试10点。以2组测试结果RSD的平均值最小的元素个数最多的条件作为推荐制样条件。起草单位实验结果列于表10~11中，各一验实验室测试结果分别列于表12~17中，每块样品精密度最好的结果以灰色底纹表示，斜体数字代表该样品这一元素的两次测定结果RSD差异在2倍以上。

**表10 起草单位铣床转速对比实验结果（NCS203035）**

| 铣床转速  r/min | 统计结果 | **C** | **Fe** | **Mo** | **Al** | **Si** | **Pr** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 含量参考值 | 0.046 | 0.560 | 0.032 | 0.019 | 0.023 | 20.850 |
| 90 | 第一次RSD% | 4.326 | 2.704 | 1.962 | 1.444 | 1.728 | 0.652 |
| 第二次RSD% | 3.384 | 2.163 | 2.891 | 2.635 | 1.626 | 0.272 |
| **RSD%平均值** | **3.855** | **2.434** | **2.426** | **2.040** | **1.677** | **0.462** |
| 187 | 第一次RSD% | 3.040 | 3.347 | 1.795 | 2.129 | 2.304 | 0.218 |
| 第二次RSD% | 4.696 | 2.958 | 3.146 | 2.129 | 1.745 | 0.465 |
| **RSD%平均值** | **3.868** | **3.152** | **2.470** | **2.129** | **2.024** | **0.342** |
| 270 | 第一次RSD% | 4.510 | 1.184 | 4.249 | 2.703 | 1.745 | 0.184 |
| 第二次RSD% | 4.316 | 2.450 | 3.636 | 2.635 | 2.273 | 0.132 |
| **RSD%平均值** | **4.413** | **1.817** | **3.942** | **2.669** | **2.009** | **0.158** |

**表11 起草单位铣床转速对比实验结果（NCS203036）**

| 铣床转速  r/min | 统计结果 | **C** | **Fe** | **Mo** | **Al** | **Si** | **Pr** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 含量参考值 | 0.09 | 1.480 | 0.0078 | 0.0087 | 0.045 | 30.820 |
| 90 | 第一次RSD% | 2.170 | 3.143 | 7.713 | 2.969 | 1.499 | 0.185 |
| 第二次RSD% | 4.716 | 3.012 | 5.556 | 3.635 | 1.241 | 0.392 |
| **RSD%平均值** | **3.443** | **3.078** | **6.634** | **3.302** | **1.370** | **0.288** |
| 187 | 第一次RSD% | 3.201 | 2.027 | 9.466 | 0 | 1.348 | 0.152 |
| 第二次RSD% | 4.235 | 3.333 | 15.915 | 3.586 | 1.348 | 0.256 |
| **RSD%平均值** | **3.718** | **2.680** | **12.691** | **1.793** | **1.348** | **0.204** |
| 270 | 第一次RSD% | 1.920 | 2.778 | 9.248 | 2.122 | 1.212 | 0.117 |
| 第二次RSD% | 4.084 | 2.019 | 8.395 | 2.122 | 1.218 | 0.08 |
| **RSD%平均值** | **3.002** | **2.398** | **8.822** | **2.122** | **1.215** | **0.098** |

**表12 一验实验室1铣床转速对比实验结果（PNMo-8）**

| 铣床转速  r/min | 统计结果 | **C** | **Fe** | **Mo** | **Al** | **Si** | **Pr** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 含量参考值 | 0.021 | 0.146 | 0.061 | 0.015 | 0.018 | 23.725 |
| 168 | 第一次RSD% | 3.131 | 3.610 | 6.072 | 8.035 | 2.807 | 0.182 |
| 第二次RSD% | 2.776 | 2.594 | 6.113 | 8.035 | 0 | 0.268 |
| **RSD%平均值** | **2.954** | **3.102** | **6.092** | **8.035** | **1.404** | **0.225** |
| 232 | 第一次RSD% | 4.703 | 3.011 | 2.525 | 4.329 | 2.840 | 0.515 |
| 第二次RSD% | 3.792 | 2.731 | 4.836 | 7.217 | 1.747 | 0.277 |
| **RSD%平均值** | **4.248** | **2.871** | **3.680** | **5.773** | **2.294** | **0.396** |
| 330 | 第一次RSD% | 4.541 | 2.034 | 4.928 | 6.193 | 2.640 | 0.580 |
| 第二次RSD% | 2.087 | 1.56 | 4.517 | 3.813 | 0 | 0.196 |
| **RSD%平均值** | **3.314** | **1.797** | **4.722** | **5.003** | **1.320** | **0.388** |

**表13 一验实验室1铣床转速对比实验结果（PNMo-7）**

| 铣床转速  r/min | 统计结果 | **C** | **Fe** | **Mo** | **Al** | **Si** | **Pr** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 含量参考值 | 0.038 | 0.414 | 0.054 | 0.013 | 0.033 | 23.917 |
| 168 | 第一次RSD% | 5.200 | 3.080 | 3.727 | 9.856 | 0.985 | 0.469 |
| 第二次RSD% | 4.633 | 3.449 | 4.137 | 7.210 | 2.090 | 0.607 |
| **RSD%平均值** | **4.916** | **3.264** | **3.932** | **8.533** | **1.538** | **0.538** |
| 232 | 第一次RSD% | 2.000 | 1.469 | *13.883* | 6.980 | 1.351 | 0.257 |
| 第二次RSD% | 3.027 | 2.426 | 6.355 | 6.617 | 1.645 | 0.305 |
| **RSD%平均值** | **2.514** | **1.948** | **10.119** | **6.798** | **1.498** | **0.281** |
| 330 | 第一次RSD% | 3.109 | 1.197 | 5.243 | 6.747 | 1.779 | 0.684 |
| 第二次RSD% | 2.140 | 2.557 | *45.030* | 3.378 | 1.645 | 0.353 |
| **RSD%平均值** | **2.624** | **1.877** | **25.136** | **5.062** | **1.712** | **0.518** |

**表14 一验实验室2铣床转速对比实验结果（PNMo-8）**

| 铣床转速  r/min | 统计结果 | **C** | **Fe** | **Mo** | **Al** | **Si** | **Pr** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 含量参考值 | 0.021 | 0.146 | 0.061 | 0.015 | 0.018 | 23.725 |
| 90 | 第一次RSD% | 4.530 | 2.158 | 6.171 | 4.720 | 2.729 | 0.260 |
| 第二次RSD% | 8.570 | 4.415 | 9.234 | 6.659 | 3.813 | 0.753 |
| **RSD%平均值** | **6.55** | **3.2865** | **7.702** | **5.690** | **3.271** | **0.506** |
| 187 | 第一次RSD% | 7.154 | 4.119 | 12.872 | 11.834 | 2.934 | 1.136 |
| 第二次RSD% | 9.528 | 3.395 | 12.662 | 6.659 | 1.767 | 0.644 |
| **RSD%平均值** | **8.341** | **3.757** | **12.767** | **9.246** | **2.350** | **0.890** |
| 270 | 第一次RSD% | 11.379 | 3.159 | 11.422 | 7.995 | 2.729 | 0.601 |
| 第二次RSD% | 8.681 | 4.382 | 9.859 | 5.861 | 3.012 | 0.653 |
| **RSD%平均值** | **10.030** | **3.770** | **10.640** | **6.928** | **2.870** | **0.627** |

**表15 一验实验室2铣床转速对比实验结果（NCS203036）**

| 铣床转速  r/min | 统计结果 | **C** | **Fe** | **Mo** | **Al** | **Si** | **Pr** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 含量参考值 | 0.090 | 1.480 | 0.0078 | 0.0087 | 0.045 | 30.820 |
| 90 | 第一次RSD% | 5.339 | 2.590 | 7.803 | 3.903 | 1.545 | 0.400 |
| 第二次RSD% | 4.360 | 2.853 | 11.736 | 4.129 | 1.209 | 0.549 |
| **RSD%平均值** | **4.850** | **2.722** | **9.770** | **4.016** | **1.377** | **0.474** |
| 187 | 第一次RSD% | 4.210 | 3.236 | 9.368 | 4.704 | 1.206 | 0.461 |
| 第二次RSD% | 5.704 | 4.332 | 12.472 | 5.128 | 0.813 | 0.657 |
| **RSD%平均值** | **4.957** | **3.784** | **10.920** | **4.916** | **1.010** | **0.559** |
| 270 | 第一次RSD% | 3.437 | 1.674 | 9.428 | 3.804 | 1.369 | 0.371 |
| 第二次RSD% | 4.475 | 3.028 | 7.306 | 3.804 | 1.459 | 0.277 |
| **RSD%平均值** | **3.956** | **2.351** | **8.367** | **3.804** | **1.414** | **0.324** |

**表16 一验实验室3铣床转速对比实验结果（NCS203035）**

| 铣床转速  r/min | 统计结果 | **C** | **Fe** | **Mo** | **Al** | **Si** | **Pr** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 含量参考值 | 0.046 | 0.560 | 0.032 | 0.019 | 0.023 | 20.850 |
| 90 | 第一次RSD% | 4.418 | 0.483 | 3.219 | 4.773 | 5.030 | 0.178 |
| 第二次RSD% | 5.503 | 1.668 | 6.072 | 8.691 | 3.799 | 0.354 |
| **RSD%平均值** | **4.960** | **1.076** | **4.646** | **6.732** | **4.414** | **0.266** |
| 187 | 第一次RSD% | 4.659 | 0.576 | 4.743 | 4.756 | 4.327 | 0.173 |
| 第二次RSD% | 5.056 | 0.679 | 4.458 | 5.166 | 4.336 | 0.203 |
| **RSD%平均值** | **4.858** | **0.628** | **4.600** | **4.961** | **4.332** | **0.188** |
| 270 | 第一次RSD% | 4.584 | 2.336 | 4.533 | 4.546 | 4.226 | 0.229 |
| 第二次RSD% | 3.822 | 2.318 | 3.962 | 3.463 | 4.985 | 0.563 |
| **RSD%平均值** | **4.203** | **2.327** | **4.248** | **4.004** | **4.606** | **0.346** |

**表17 一验实验室3铣床转速对比实验结果（NCS203036）**

| 铣床转速 | 统计结果 | **C** | **Fe** | **Mo** | **Al** | **Si** | **Pr** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| r/min | 含量参考值 | 0.090 | 1.480 | 0.0078 | 0.0087 | 0.045 | 30.820 |
| 90 | 第一次RSD% | 4.307 | 1.303 | 7.618 | 6.450 | 7.257 | 0.270 |
| 第二次RSD% | 3.944 | 1.506 | 8.992 | 8.696 | 6.091 | 0.325 |
| **RSD%平均值** | **4.126** | **1.404** | **8.305** | **7.573** | **6.674** | **0.298** |
| 187 | 第一次RSD% | 4.598 | 2.043 | 5.043 | 4.680 | 4.989 | 0.371 |
| 第二次RSD% | 3.506 | 1.181 | 3.984 | 4.853 | 4.344 | 0.576 |
| **RSD%平均值** | **4.052** | **1.612** | **4.514** | **4.766** | **4.666** | **0.474** |
| 270 | 第一次RSD% | 3.454 | 1.574 | 4.944 | 4.368 | 3.985 | 0.431 |
| 第二次RSD% | 1.893 | 2.747 | 4.330 | 4.976 | 4.092 | 0.261 |
| **RSD%平均值** | **2.674** | **2.160** | **4.637** | **4.672** | **4.038** | **0.346** |

将起草单位及各一验实验室不同砂带粒度下RSD平均值最小的元素个数汇总于表18中。

**表18** **起草单位及各一验实验室铣床转速实验结果**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| **铣床转速** | **起草单位** | **一验2** | **一验3** | **总计** |
| **90** | 5 | 5 | 5 | 12 |
| **187** | 1 | 2 | 1 | 7 |
| **270** | 6 | 5 | 6 | 17 |

注：由于一验实验室1所用铣床型号不同，无法按起草单位设定转速参数制样，因而未统计其铣床转速实验结果。

从表中可以看出，保持进给速度不变的情况下，铣床转速越快，样品表面光洁度越好，测试结果精密度越好。但铣床转速过快造成样品表面发热量较大，存在一定的安全隐患。因而采用铣床制样时，推荐采用铣床转速为270r/min。

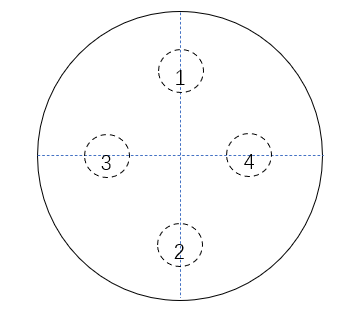
**3.3.2 校准曲线绘制**

由于当前无市售镨钕金属标准样品，本标准实验过程中所用校准曲线建议采用表19中样品绘制，表中样品均已经过均匀度检验合格并经国家钢铁材料测试中心进行化学法定值（定值方法详见1.4.1（1））。

**表19 用于绘制校准曲线的样品**

| **名称** | **C** | **Fe** | **Mo** | **Al** | **Si** | **Pr** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **9#** | / | / | / | / | / | 16.890 |
| **27** | 0.064 | 0.323 | 0.016 | 0.022 | 0.049 | 18.721 |
| **538** | 0.038 | 0.467 | 0.010 | 0.037 | 0.043 | 19.082 |
| **3-55** | 0.107 | 0.180 | / | 0.007 | 0.020 | 19.430 |
| **2-1** | 0.159 | 1.083 | / | / | / | / |
| **4-187** | 0.010 | 0.017 | / | 0.004 | / | 20.715 |
| **11-201** | 0.037 | 0.214 | / | 0.041 | 0.105 | 22.882 |
| **20-193** | 0.012 | 0.034 | / | 0.008 | 0.011 | 23.127 |
| **22-114** | 0.023 | 0.049 | / | 0.006 | 0.009 | 23.690 |
| **PNMo-7** | 0.038 | 0.414 | 0.054 | 0.013 | 0.033 | 23.917 |
| **PNMo-9** | / | / | 0.064 | / | / | / |
| **9-201** | 0.080 | 0.168 | / | 0.006 | 0.011 | 24.682 |
| **19#** | 0.034 | 0.325 | / | 0.177 | 0.138 | 25.725 |
| **NCS203036** | 0.090 | / | 0.0078 | 0.0087 | 0.045 | 30.820 |
| **9-200** | / | / | 0.0009 | / | / | 33.203 |
| **NCS203035** | 0.046 | 0.560 | 0.032 | 0.019 | 0.023 | 20.850 |

在选定的制样条件下制样，制好的样品不要用手触摸或用其他物品擦拭，直接放在激发台上激发。在选定的实验条件下激发表19所列样品，每个样品激发4个点，测试点位置避开样品中心和样品表面缺陷位置，均匀分散于样品表面，如图1所示。

**图1 样品激发位置示意图**

以各元素分析线强度与内标线强度比值（相对强度）为横坐标，以各元素含量与基体Nd含量比值（相对含量）为纵坐标，绘制各元素校准曲线。由于火花发射光谱法为原始校准曲线法，为便于后期使用绘制的校准曲线分析样品，应为每个元素选取接近于校准曲线上限和校准曲线下限附近的样品作为标准化样品（高低标）。本方法各元素所选高低标汇总于表20中。

**表20 各元素所选用的高低标汇总**

| **元素** | **C** | **Fe** | **Mo** | **Al** | **Si** | **Pr** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **高标** | 3-55 | 9-200 | PNMo-9 | 19# | 19# | 9-200 |
| **低标** | 4-187 | 4-187 | 9-200 | 3-55 | 3-55 | 3-55 |

**3.3.3 精密度实验**

**3.3.3.1 起草单位精密度实验**

选取9#，503，PNMo-8，PNMo-9，502，539，2-1，9-200八块样品作为精密度实验样品，编号为样品1~样品8。用绘制的校准曲线对8块样品进行11次独立测定，表19所列样品中无参考值的元素的测试结果不进行后续统计，得到结果如表21所示。采用格拉布斯检验法对上述所得精密度数据进行单元内异常值检验，结果如表22所示。经查表，G单(0.01,11)=2.564, G单(0.01,10)=2.482, G双(0.01,11)=0.1448，G双(0.01,10)=0.1150，G双（0.01,9）=0.0851。

**表21 起草单位精密度实验结果**

| **样品** | **元素** | **测定结果/%** | | | | | | | | | | | **平均值**  **/%** | **标准偏差**  **/%** | **RSD/%** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
| **样品1** | **C** | 0.0094 | 0.0087 | 0.0091 | 0.0089 | 0.0090 | 0.0087 | 0.0089 | 0.0094 | 0.0089 | 0.0094 | 0.0091 | 0.0090 | 0.0003 | 2.90 |
| **Fe** | 0.0851 | 0.0853 | 0.0851 | 0.0853 | 0.0848 | 0.0847 | 0.0846 | 0.0855 | 0.0854 | 0.0853 | 0.0853 | 0.0852 | 0.0003 | 0.35 |
| **Mo** | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Al** | 0.0199 | 0.0199 | 0.0200 | 0.0206 | 0.0206 | 0.0214 | 0.0219 | 0.0205 | 0.0198 | 0.0204 | 0.0213 | 0.0206 | 0.0007 | 3.38 |
| **Si** | 0.0188 | 0.0192 | 0.0191 | 0.0190 | 0.0184 | 0.0185 | 0.0189 | 0.0192 | 0.0193 | 0.0186 | 0.0191 | 0.0189 | 0.0003 | 1.62 |
| **Pr** | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **样品2** | **C** | 0.0138 | 0.0140 | 0.0134 | 0.0143 | 0.0136 | 0.0142 | 0.0136 | 0.0134 | 0.0134 | 0.0130 | 0.0138 | 0.0137 | 0.0004 | 2.83 |
| **Fe** | 0.1920 | 0.1965 | 0.1956 | 0.1950 | 0.1929 | 0.2023 | 0.1992 | 0.1946 | 0.1946 | 0.2011 | 0.1976 | 0.1965 | 0.0033 | 1.66 |
| **Mo** | 0.0073 | 0.0064 | 0.0061 | 0.0065 | 0.0057 | 0.0060 | 0.0067 | 0.0072 | 0.0071 | 0.0072 | 0.0066 | 0.0066 | 0.0005 | 8.19 |
| **Al** | 0.0637 | 0.0650 | 0.0660 | 0.0681 | 0.0660 | 0.0699 | 0.0647 | 0.0679 | 0.0670 | 0.0683 | 0.0652 | 0.0665 | 0.0019 | 2.82 |
| **Si** | 0.0735 | 0.0730 | 0.0740 | 0.0742 | 0.0744 | 0.0755 | 0.0739 | 0.0734 | 0.0738 | 0.0745 | 0.0729 | 0.0739 | 0.0007 | 1.00 |
| **Pr** | 23.516 | 23.421 | 23.482 | 23.541 | 23.483 | 23.512 | 23.511 | 23.519 | 23.530 | 23.479 | 23.406 | 23.491 | 0.0432 | 0.18 |
| **样品3** | **C** | 0.0199 | 0.0209 | 0.0202 | 0.0199 | 0.0197 | 0.0203 | 0.0202 | 0.0201 | 0.0202 | 0.0207 | 0.0202 | 0.0202 | 0.0003 | 1.71 |
| **Fe** | 0.1380 | 0.1368 | 0.1371 | 0.1347 | 0.1418 | 0.1412 | 0.1355 | 0.1424 | 0.1379 | 0.1395 | 0.1412 | 0.1387 | 0.0026 | 1.91 |
| **Mo** | 0.0590 | 0.0600 | 0.0605 | 0.0589 | 0.0579 | 0.0567 | 0.0601 | 0.0568 | 0.0585 | 0.0616 | 0.0574 | 0.0589 | 0.0016 | 2.69 |
| **Al** | 0.0161 | 0.0156 | 0.0162 | 0.0146 | 0.0163 | 0.0138 | 0.0154 | 0.0151 | 0.0163 | 0.0151 | 0.0162 | 0.0155 | 0.0008 | 5.26 |
| **Si** | 0.0175 | 0.0187 | 0.0179 | 0.0182 | 0.0181 | 0.0183 | 0.0180 | 0.0183 | 0.0182 | 0.0182 | 0.0182 | 0.0182 | 0.0003 | 1.62 |
| **Pr** | 23.902 | 23.827 | 23.814 | 23.917 | 23.888 | 23.926 | 23.958 | 23.893 | 23.963 | 24.000 | 23.914 | 23.909 | 0.0552 | 0.23 |
| **样品4** | **C** | 0.0212 | 0.0217 | 0.0217 | 0.0214 | 0.0220 | 0.0213 | 0.0217 | 0.0219 | 0.0214 | 0.0214 | 0.0217 | 0.0216 | 0.0003 | 1.19 |
| **Fe** | 0.2683 | 0.2797 | 0.2678 | 0.2785 | 0.2741 | 0.2806 | 0.2782 | 0.2753 | 0.2824 | 0.2797 | 0.2719 | 0.2761 | 0.0050 | 1.80 |
| **Mo** | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Al** | 0.0299 | 0.0307 | 0.0304 | 0.0301 | 0.0321 | 0.0294 | 0.0305 | 0.0297 | 0.0312 | 0.0316 | 0.0293 | 0.0304 | 0.0009 | 2.95 |
| **Si** | 0.0325 | 0.0325 | 0.0325 | 0.0327 | 0.0323 | 0.0322 | 0.0326 | 0.0327 | 0.0326 | 0.0329 | 0.0322 | 0.0325 | 0.0002 | 0.67 |
| **Pr** | 24.254 | 24.279 | 24.192 | 24.211 | 24.244 | 24.197 | 24.250 | 24.241 | 24.185 | 24.141 | 24.226 | 24.220 | 0.0393 | 0.16 |
| **样品5** | **C** | 0.0323 | 0.0316 | 0.0310 | 0.0310 | 0.0309 | 0.0311 | 0.0316 | 0.0300 | 0.0299 | 0.0305 | 0.0310 | 0.0310 | 0.0007 | 2.26 |
| **Fe** | 0.3343 | 0.3319 | 0.3303 | 0.3377 | 0.3249 | 0.3332 | 0.3266 | 0.3263 | 0.3403 | 0.3290 | 0.3245 | 0.3308 | 0.0052 | 1.58 |
| **Mo** | 0.0144 | 0.0132 | 0.0130 | 0.0136 | 0.0138 | 0.0132 | 0.0141 | 0.0140 | 0.0141 | 0.0137 | 0.0144 | 0.0138 | 0.0005 | 3.51 |
| **Al** | 0.0364 | 0.0403 | 0.0359 | 0.0390 | 0.0377 | 0.0384 | 0.0382 | 0.0373 | 0.0391 | 0.0390 | 0.0361 | 0.0379 | 0.0014 | 3.71 |
| **Si** | 0.0448 | 0.0447 | 0.0443 | 0.0446 | 0.0440 | 0.0449 | 0.0449 | 0.0448 | 0.0456 | 0.0451 | 0.0445 | 0.0447 | 0.0004 | 0.93 |
| **Pr** | 23.431 | 23.386 | 23.365 | 23.416 | 23.444 | 23.396 | 23.402 | 23.357 | 23.453 | 23.432 | 23.426 | 23.410 | 0.0315 | 0.13 |
| **样品6** | **C** | 0.0822 | 0.0829 | 0.0819 | 0.0824 | 0.0822 | 0.0823 | 0.0832 | 0.0836 | 0.0824 | 0.0837 | 0.0848 | 0.0829 | 0.0009 | 1.06 |
| **Fe** | 0.2606 | 0.2644 | 0.2604 | 0.2643 | 0.2621 | 0.2691 | 0.2640 | 0.2643 | 0.2599 | 0.2608 | 0.2662 | 0.2632 | 0.0028 | 1.08 |
| **Mo** | 0.0216 | 0.0222 | 0.0227 | 0.0231 | 0.0254 | 0.0229 | 0.0229 | 0.0248 | 0.0229 | 0.0230 | 0.0228 | 0.0231 | 0.0011 | 4.66 |
| **Al** | 0.0603 | 0.0598 | 0.0620 | 0.0605 | 0.0621 | 0.0606 | 0.0613 | 0.0588 | 0.0604 | 0.0602 | 0.0607 | 0.0606 | 0.0009 | 1.56 |
| **Si** | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Pr** | 18.889 | 18.897 | 18.843 | 18.828 | 18.885 | 18.807 | 18.879 | 18.833 | 18.846 | 18.821 | 18.795 | 18.848 | 0.0350 | 0.19 |
| **样品7** | **C** | 0.1533 | 0.1523 | 0.1537 | 0.1519 | 0.1536 | 0.1558 | 0.1520 | 0.1522 | 0.1515 | 0.1534 | 0.1527 | 0.1529 | 0.0012 | 0.79 |
| **Fe** | 1.1171 | 1.0909 | 1.0989 | 1.1044 | 1.0574 | 1.1026 | 1.0460 | 1.0610 | 1.1006 | 1.1121 | 1.0898 | 1.0892 | 0.0237 | 2.18 |
| **Mo** | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Al** | 0.0073 | 0.0066 | 0.0065 | 0.0072 | 0.0076 | 0.0073 | 0.0071 | 0.0087 | 0.0059 | 0.0083 | 0.0064 | 0.0072 | 0.0008 | 11.52 |
| **Si** | 0.0233 | 0.0234 | 0.0232 | 0.0233 | 0.0229 | 0.0235 | 0.0229 | 0.0229 | 0.0230 | 0.0234 | 0.0238 | 0.0232 | 0.0003 | 1.25 |
| **Pr** | 19.761 | 19.830 | 19.795 | 19.724 | 19.784 | 19.796 | 19.761 | 19.739 | 19.680 | 19.677 | 19.775 | 19.757 | 0.0481 | 0.24 |
| **样品8** | **C** | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Fe** | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Mo** | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Al** | 0.0255 | 0.0266 | 0.0260 | 0.0272 | 0.0274 | 0.0278 | 0.0258 | 0.0259 | 0.0282 | 0.0270 | 0.0263 | 0.0267 | 0.0009 | 3.32 |
| **Si** | 0.0336 | 0.0335 | 0.0341 | 0.0340 | 0.0336 | 0.0333 | 0.0340 | 0.0343 | 0.0345 | 0.0336 | 0.0342 | 0.0339 | 0.0004 | 1.13 |
| **Pr** | 33.354 | 33.366 | 33.318 | 33.299 | 33.305 | 33.251 | 33.352 | 33.303 | 33.350 | 33.382 | 33.290 | 33.325 | 0.0393 | 0.12 |

**表22 起草单位精密度实验结果异常值检验**

| **元素** | **样品号** | **单大值** | **单小值** | **G单大** | **G单小** | **检验结果（单大）** | **检验结果（单小）** | **双大值** | **双小值** | **G双大** | **G双小** | **检验结果(双大)** | **检验结果(双小)** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **C** | 样品1 | 0.0094 | 0.0087 | 1.3524 | 1.3177 | OK | OK | 0.0094 0.0094 | 0.0087 0.0087 | 0.5529 | 0.5755 | OK | OK |
| 样品2 | 0.0143 | 0.0130 | 1.5981 | 1.7626 | OK | OK | 0.0142 0.0143 | 0.0130 0.0134 | 0.4693 | 0.5673 | OK | OK |
| 样品3 | 0.0209 | 0.0197 | 2.0036 | 1.4763 | OK | OK | 0.0207  0.0209 | 0.0197  0.0199 | 0.2654 | 0.6391 | OK | OK |
| 样品4 | 0.0220 | 0.0212 | 1.6323 | 1.4903 | OK | OK | 0.0219  0.0220 | 0.0212  0.0213 | 0.4875 | 0.5823 | OK | OK |
| 样品5 | 0.0323 | 0.0299 | 1.8722 | 1.5602 | OK | OK | 0.0316  0.0323 | 0.0299  0.0300 | 0.4900 | 0.4573 | OK | OK |
| 样品6 | 0.0848 | 0.0819 | 2.2018 | 1.1113 | OK | OK | 0.0837  0.0848 | 0.0819  0.0822 | 0.3159 | 0.7782 | OK | OK |
| 样品7 | 0.1558 | 0.1515 | 2.3635 | 1.1968 | OK | OK | 0.1537  0.1558 | 0.1515  0.1519 | 0.3032 | 0.7346 | OK | OK |
| 样品8 | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Fe** | 样品1 | 0.0855 | 0.0846 | 1.2412 | 1.7558 | OK | OK | 0.0854  0.0855 | 0.0846  0.0847 | 0.7121 | 0.3770 | OK | OK |
| 样品2 | 0.2023 | 0.1920 | 1.7776 | 1.3743 | OK | OK | 0.2011  0.2023 | 0.1920  0.1929 | 0.3721 | 0.6224 | OK | OK |
| 样品3 | 0.1424 | 0.1347 | 1.3851 | 1.5260 | OK | OK | 0.1418  0.1424 | 0.1347  0.1355 | 0.6021 | 0.5334 | OK | OK |
| 样品4 | 0.2824 | 0.2678 | 1.2760 | 1.6557 | OK | OK | 0.2806  0.2824 | 0.2678  0.2683 | 0.7002 | 0.3694 | OK | OK |
| 样品5 | 0.3403 | 0.3245 | 1.8149 | 1.2093 | OK | OK | 0.3377  0.3403 | 0.3245  0.3249 | 0.3881 | 0.6645 | OK | OK |
| 样品6 | 0.2691 | 0.2599 | 2.0481 | 1.1905 | OK | OK | 0.2662  0.2691 | 0.2599  0.2604 | 0.3699 | 0.7013 | OK | OK |
| 样品7 | 1.1171 | 1.0460 | 1.1791 | 1.8218 | OK | OK | 1.121  1.171 | 1.0460  1.0574 | 0.7160 | 0.3772 | OK | OK |
| 样品8 | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Mo** | 样品1 | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| 样品2 | 0.0073 | 0.0057 | 1.2582 | 1.6944 | OK | OK | 0.0072  0.0073 | 0.0057  0.0060 | 0.6660 | 0.4934 | OK | OK |
| 样品3 | 0.0616 | 0.0567 | 1.7313 | 1.3587 | OK | OK | 0.0605  0.0616 | 0.0567  0.0568 | 0.5074 | 0.5693 | OK | OK |
| 样品4 | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| 样品5 | 0.0144 | 0.0132 | 1.2711 | 1.5022 | OK | OK | 0.0144  0.0144 | 0.0130  0.0132 | 0.8005 | 0.3731 | OK | OK |
| 样品6 | 0.0254 | 0.0216 | 2.1171 | 1.4086 | OK | OK | 0.0248  0.0254 | 0.0216  0.0222 | 0.1580 | 0.6722 | OK | OK |
| 样品7 | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| 样品8 | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Al** | 样品1 | 0.0219 | 0.0198 | 1.9075 | 1.1105 | OK | OK | 0.0214  0.0219 | 0.0198  0.019 | 0.3883 | 0.7353 | OK | OK |
| 样品2 | 0.0699 | 0.0637 | 1.8007 | 1.5095 | OK | OK | 0.0683  0.0699 | 0.0637  0.0647 | 0.5023 | 0.6084 | OK | OK |
| 样品3 | 0.0163 | 0.0138 | 0.9583 | 2.1060 | OK | OK | 0.0138  0.0146 | 0.0163  0.0163 | 0.7755 | 0.3138 | OK | OK |
| 样品4 | 0.0321 | 0.0293 | 1.8398 | 1.2737 | OK | OK | 0.0316  0.0321 | 0.0293  0.0294 | 0.3883 | 0.6367 | OK | OK |
| 样品5 | 0.0403 | 0.0359 | 1.6722 | 1.4526 | OK | OK | 0.0391  0.0403 | 0.0359  0.0361 | 0.5842 | 0.5324 | OK | OK |
| 样品6 | 0.0621 | 0.0588 | 1.5813 | 1.9188 | OK | OK | 0.0620  0.0621 | 0.0588  0.0598 | 0.4285 | 0.4725 | OK | OK |
| 样品7 | 0.0087 | 0.0059 | 1.8491 | 1.5409 | OK | OK | 0.0083  0.0087 | 0.0059  0.0064 | 0.3570 | 0.6069 | OK | OK |
| 样品8 | 0.0282 | 0.0255 | 1.6941 | 1.3553 | OK | OK | 0.0278  0.0282 | 0.0255  0.0258 | 0.4629 | 0.6505 | OK | OK |
| **Si** | 样品1 | 0.0193 | 0.0184 | 1.2478 | 1.6934 | OK | OK | 0.0192  0.0193 | 0.0184  0.0185 | 0.7072 | 0.4224 | OK | OK |
| 样品2 | 0.0755 | 0.0729 | 2.1336 | 1.3734 | OK | OK | 0.0745  0.0755 | 0.0729  0.0730 | 0.3885 | 0.5822 | OK | OK |
| 样品3 | 0.0187 | 0.0175 | 1.8830 | 2.1917 | OK | OK | 0.0183  0.0187 | 0.0175  0.0179 | 0.5535 | 0.3485 | OK | OK |
| 样品4 | 0.0329 | 0.0322 | 1.7494 | 1.4578 | OK | OK | 0.0327  0.0329 | 0.0322  0.0322 | 0.5505 | 0.4805 | OK | OK |
| 样品5 | 0.0456 | 0.0440 | 2.0443 | 1.7834 | OK | OK | 0.0451  0.0456 | 0.0440  0.0443 | 0.4172 | 0.4782 | OK | OK |
| 样品6 | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| 样品7 | 0.0238 | 0.0229 | 1.9384 | 1.1568 | OK | OK | 0.0235  0.0238 | 0.0229  0.0229 | 0.4521 | 0.6729 | OK | OK |
| 样品8 | 0.0345 | 0.0333 | 1.6199 | 1.5246 | OK | OK | 0.0343  0.0345 | 0.0333  0.0335 | 0.5356 | 0.5966 | OK | OK |
| **Pr** | 样品1 | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| 样品2 | 23.541 | 23.406 | 1.1588 | 1.9643 | OK | OK | 23.530  23.541 | 23.406  23.421 | 0.7366 | 0.2101 | OK | OK |
| 样品3 | 24.000 | 23.814 | 1.6436 | 1.7260 | OK | OK | 23.963  24.000 | 23.814  23.827 | 0.5590 | 0.3650 | OK | OK |
| 样品4 | 24.279 | 24.141 | 24.279 | 24.141 | OK | OK | 24.254  24.279 | 24.141  24.185 | 0.6377 | 0.4233 | OK | OK |
| 样品5 | 23.453 | 23.357 | 1.3730 | 1.6794 | OK | OK | 23.444  23.453 | 23.357  23.365 | 0.6261 | 0.4078 | OK | OK |
| 样品6 | 18.897 | 18.795 | 1.4111 | 1.4993 | OK | OK | 18.889  18.897 | 18.795  18.807 | 0.5862 | 0.5630 | OK | OK |
| 样品7 | 19.830 | 19.677 | 1.5277 | 1.6544 | OK | OK | 19796  19.830 | 19.677  19.680 | 0.6380 | 0.3558 | OK | OK |
| 样品8 | 33.382 | 33.251 | 1.4625 | 1.8721 | OK | OK | 33.448  33.382 | 33.251  33.290 | 0.6043 | 0.4881 | OK | OK |

经检验，所有样品的所有元素测试结果检验全部合格，无需剔除。

**3.3.3.2 验证实验室1精密度实验**

**表23 验证实验室1精密度实验结果**

| **样品** | **元素** | **测定结果/%** | | | | | | | | | | | **平均值**  **/%** | **标准偏差**  **/%** | **RSD/%** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
| **样品1** | **C** | 0.0106 | 0.0108 | 0.0107 | 0.0102 | 0.0117 | 0.0115 | 0.0104 | 0.0113 | 0.0110 | 0.0112 | 0.0104 | 0.0109 | 0.0005 | 4.49 |
| **Fe** | 0.0871 | 0.0885 | 0.0878 | 0.0868 | 0.0890 | 0.0887 | 0.0857 | 0.0857 | 0.0877 | 0.0886 | 0.0887 | 0.0877 | 0.0012 | 1.36 |
| **Mo** | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Al** | 0.0203 | 0.0211 | 0.0226 | 0.0199 | 0.0224 | 0.0213 | 0.0212 | 0.0203 | 0.0209 | 0.0216 | 0.0203 | 0.0211 | 0.0009 | 4.15 |
| **Si** | 0.0186 | 0.0186 | 0.0185 | 0.0190 | 0.0191 | 0.0188 | 0.0186 | 0.0186 | 0.0184 | 0.0189 | 0.0186 | 0.0187 | 0.0002 | 1.17 |
| **Pr** | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **样品2** | **C** | 0.0152 | 0.0164 | 0.0161 | 0.0164 | 0.0156 | 0.0162 | 0.0153 | 0.0153 | 0.0156 | 0.0156 | 0.0156 | 0.0158 | 0.0004 | 2.82 |
| **Fe** | 0.1970 | 0.1946 | 0.2029 | 0.2025 | 0.1999 | 0.1999 | 0.2003 | 0.2008 | 0.2015 | 0.2002 | 0.2002 | 0.2000 | 0.0024 | 1.18 |
| **Mo** | 0.0072 | 0.0072 | 0.0071 | 0.0073 | 0.0074 | 0.0075 | 0.0071 | 0.0070 | 0.0078 | 0.0070 | 0.0070 | 0.0072 | 0.0003 | 3.46 |
| **Al** | 0.0631 | 0.0632 | 0.0635 | 0.0643 | 0.0656 | 0.0661 | 0.0658 | 0.0651 | 0.0648 | 0.0671 | 0.0671 | 0.0651 | 0.0014 | 2.21 |
| **Si** | 0.0744 | 0.0752 | 0.0769 | 0.0765 | 0.0752 | 0.0775 | 0.0758 | 0.0770 | 0.0757 | 0.0745 | 0.0745 | 0.0757 | 0.0011 | 1.45 |
| **Pr** | 23.618 | 23.728 | 23.604 | 23.715 | 23.583 | 23.617 | 23.695 | 23.689 | 23.750 | 23.694 | 23.694 | 23.671 | 0.0560 | 0.24 |
| **样品3** | **C** | 0.0215 | 0.0214 | 0.0214 | 0.0224 | 0.0223 | 0.0231 | 0.0218 | 0.0216 | 0.0214 | 0.0216 | 0.0218 | 0.0218 | 0.0005 | 2.48 |
| **Fe** | 0.1475 | 0.1508 | 0.1427 | 0.1443 | 0.1413 | 0.1432 | 0.1464 | 0.1437 | 0.1425 | 0.1441 | 0.1431 | 0.1445 | 0.0027 | 1.89 |
| **Mo** | 0.0670 | 0.0521 | 0.0538 | 0.0542 | 0.0536 | 0.0518 | 0.0549 | 0.0539 | 0.0525 | 0.0537 | 0.0546 | 0.0547 | 0.0042 | 7.65 |
| **Al** | 0.0155 | 0.0161 | 0.0153 | 0.0168 | 0.0154 | 0.0163 | 0.0160 | 0.0168 | 0.0153 | 0.0165 | 0.0171 | 0.0161 | 0.0007 | 4.08 |
| **Si** | 0.0182 | 0.0184 | 0.0178 | 0.0180 | 0.0182 | 0.0179 | 0.0182 | 0.0180 | 0.0180 | 0.0178 | 0.0183 | 0.0181 | 0.0002 | 1.11 |
| **Pr** | 23.720 | 23.757 | 23.785 | 23.853 | 23.805 | 23.718 | 23.809 | 23.760 | 23.756 | 23.761 | 23.764 | 23.772 | 0.0395 | 0.17 |
| **样品4** | **C** | 0.0234 | 0.0231 | 0.0230 | 0.0232 | 0.0224 | 0.0236 | 0.0238 | 0.0240 | 0.0240 | 0.0243 | 0.0234 | 0.0235 | 0.0005 | 2.32 |
| **Fe** | 0.2966 | 0.2862 | 0.2848 | 0.2931 | 0.2865 | 0.3035 | 0.2871 | 0.2897 | 0.2941 | 0.2875 | 0.2887 | 0.2907 | 0.0056 | 1.94 |
| **Mo** | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Al** | 0.0313 | 0.0304 | 0.0316 | 0.0312 | 0.0298 | 0.0315 | 0.0315 | 0.0302 | 0.0309 | 0.0324 | 0.0302 | 0.0310 | 0.0008 | 2.51 |
| **Si** | 0.0339 | 0.0332 | 0.0323 | 0.0328 | 0.0326 | 0.0339 | 0.0339 | 0.0335 | 0.0333 | 0.0336 | 0.0329 | 0.0333 | 0.0006 | 1.67 |
| **Pr** | 23.938 | 23.938 | 23.951 | 23.920 | 23.921 | 23.986 | 23.959 | 23.851 | 23.995 | 23.901 | 23.788 | 23.923 | 0.0597 | 0.25 |
| **样品5** | **C** | 0.0324 | 0.0322 | 0.0324 | 0.0323 | 0.0323 | 0.0327 | 0.0336 | 0.0333 | 0.0327 | 0.0336 | 0.0333 | 0.0328 | 0.0005 | 1.66 |
| **Fe** | 0.3418 | 0.3435 | 0.3360 | 0.3494 | 0.3411 | 0.3316 | 0.3449 | 0.3508 | 0.3353 | 0.3483 | 0.3541 | 0.3434 | 0.0071 | 2.06 |
| **Mo** | 0.0162 | 0.0166 | 0.0152 | 0.0158 | 0.0166 | 0.0157 | 0.0159 | 0.0164 | 0.0160 | 0.0162 | 0.0168 | 0.0161 | 0.0005 | 2.88 |
| **Al** | 0.0364 | 0.0370 | 0.0366 | 0.0363 | 0.0367 | 0.0350 | 0.0377 | 0.0360 | 0.0366 | 0.0367 | 0.0371 | 0.0366 | 0.0007 | 1.87 |
| **Si** | 0.0456 | 0.0451 | 0.0446 | 0.0464 | 0.0458 | 0.0449 | 0.0455 | 0.0460 | 0.0453 | 0.0459 | 0.0464 | 0.0456 | 0.0006 | 1.28 |
| **Pr** | 23.732 | 23.454 | 23.540 | 23.554 | 23.597 | 23.652 | 23.476 | 23.671 | 23.576 | 23.401 | 23.595 | 23.568 | 0.0982 | 0.42 |
| **样品6** | **C** | 0.0869 | 0.0864 | 0.0874 | 0.0871 | 0.0880 | 0.0869 | 0.0879 | 0.0874 | 0.0878 | 0.0887 | 0.0850 | 0.0872 | 0.0010 | 1.12 |
| **Fe** | 0.2732 | 0.2723 | 0.2740 | 0.2731 | 0.2729 | 0.2762 | 0.2721 | 0.2648 | 0.2735 | 0.2682 | 0.2761 | 0.2724 | 0.0033 | 1.21 |
| **Mo** | 0.0229 | 0.0236 | 0.0231 | 0.0240 | 0.0251 | 0.0236 | 0.0234 | 0.0229 | 0.0245 | 0.0238 | 0.0251 | 0.0238 | 0.0008 | 3.32 |
| **Al** | 0.0584 | 0.0595 | 0.0595 | 0.0588 | 0.0582 | 0.0592 | 0.0592 | 0.0578 | 0.0602 | 0.0582 | 0.0570 | 0.0587 | 0.0009 | 1.55 |
| **Si** | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Pr** | 18.849 | 18.825 | 18.982 | 18.929 | 18.919 | 18.835 | 18.946 | 18.962 | 18.916 | 18.897 | 18.884 | 18.904 | 0.0517 | 0.27 |
| **样品7** | **C** | 0.1538 | 0.1549 | 0.1554 | 0.1553 | 0.1544 | 0.1568 | 0.1563 | 0.1549 | 0.1559 | 0.1571 | 0.1545 | 0.1554 | 0.0010 | 0.67 |
| **Fe** | 1.0919 | 1.0955 | 1.0840 | 1.1149 | 1.0989 | 1.1032 | 1.1202 | 1.0997 | 1.1134 | 1.1255 | 1.1093 | 1.1052 | 0.0127 | 1.15 |
| **Mo** | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Al** | 0.0081 | 0.0074 | 0.0090 | 0.0045 | 0.0062 | 0.0079 | 0.0076 | 0.0080 | 0.0075 | 0.0084 | 0.0052 | 0.0073 | 0.0014 | 19.08 |
| **Si** | 0.0235 | 0.0234 | 0.0233 | 0.0230 | 0.0233 | 0.0237 | 0.0237 | 0.0233 | 0.0232 | 0.0234 | 0.0233 | 0.0234 | 0.0002 | 0.88 |
| **Pr** | 19.873 | 19.935 | 19.945 | 19.880 | 19.998 | 19.991 | 19.887 | 20.080 | 19.790 | 19.795 | 19.751 | 19.903 | 0.1001 | 0.50 |
| **样品8** | **C** | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Fe** | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Mo** | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Al** | 0.0274 | 0.0260 | 0.0280 | 0.0282 | 0.0275 | 0.0261 | 0.0277 | 0.0257 | 0.0274 | 0.0263 | 0.0265 | 0.0270 | 0.0009 | 3.26 |
| **Si** | 0.0349 | 0.0350 | 0.0356 | 0.0354 | 0.0351 | 0.0355 | 0.0352 | 0.0349 | 0.0349 | 0.0353 | 0.0353 | 0.0352 | 0.0003 | 0.71 |
| **Pr** | 33.310 | 33.324 | 33.166 | 33.270 | 33.368 | 33.124 | 33.260 | 33.152 | 33.266 | 33.057 | 33.268 | 33.233 | 0.0953 | 0.29 |

经检验，样品2的Mo测试结果需剔除0.0670一个数值，其余样品所有元素测试结果检验合格，无需剔除。

**3.3.3.3 验证实验室2精密度实验**

**表24 验证实验室2精密度实验结果**

| **样品** | **元素** | **测定结果/%** | | | | | | | | | | | **平均值**  **/%** | **标准偏差**  **/%** | **RSD/%** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 1 | 2 | 3 | 4 | 11 |
| **样品1** | **C** | 0.0096 | 0.0103 | 0.0099 | 0.0102 | 0.0103 | 0.0116 | 0.0107 | 0.0104 | 0.0107 | 0.0105 | 0.0109 | 0.0105 | 0.0005 | 5.04 |
| **Fe** | 0.0873 | 0.0910 | 0.0885 | 0.0884 | 0.0880 | 0.0904 | 0.0917 | 0.0888 | 0.0881 | 0.0898 | 0.0897 | 0.0893 | 0.0014 | 1.55 |
| **Mo** | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Al** | 0.0210 | 0.0209 | 0.0212 | 0.0212 | 0.0214 | 0.0228 | 0.0205 | 0.0223 | 0.0212 | 0.0217 | 0.0217 | 0.0214 | 0.0007 | 3.05 |
| **Si** | 0.0174 | 0.0181 | 0.0176 | 0.0178 | 0.0174 | 0.0178 | 0.0178 | 0.0179 | 0.0176 | 0.0179 | 0.0177 | 0.0177 | 0.0002 | 1.21 |
| **Pr** | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **样品2** | **C** | 0.0151 | 0.0157 | 0.0159 | 0.0159 | 0.0156 | 0.0157 | 0.0159 | 0.0155 | 0.0160 | 0.0158 | 0.0170 | 0.0158 | 0.0005 | 2.92 |
| **Fe** | 0.2089 | 0.2072 | 0.2049 | 0.2025 | 0.2064 | 0.1998 | 0.2029 | 0.2029 | 0.2043 | 0.2024 | 0.2119 | 0.2049 | 0.0034 | 1.68 |
| **Mo** | 0.0062 | 0.0068 | 0.0059 | 0.0071 | 0.0069 | 0.0071 | 0.0065 | 0.0068 | 0.0063 | 0.0069 | 0.0062 | 0.0066 | 0.0004 | 6.18 |
| **Al** | 0.0634 | 0.0646 | 0.0621 | 0.0632 | 0.0646 | 0.0618 | 0.0622 | 0.0611 | 0.0617 | 0.0625 | 0.0632 | 0.0628 | 0.0011 | 1.83 |
| **Si** | 0.0764 | 0.0773 | 0.0745 | 0.0758 | 0.0752 | 0.0739 | 0.0750 | 0.0741 | 0.0749 | 0.0749 | 0.0768 | 0.0753 | 0.0011 | 1.46 |
| **Pr** | 23.165 | 23.277 | 23.305 | 23.346 | 23.390 | 23.420 | 23.434 | 23.380 | 23.367 | 23.323 | 23.259 | 23.333 | 0.0789 | 0.34 |
| **样品3** | **C** | 0.0211 | 0.0213 | 0.0213 | 0.0218 | 0.0209 | 0.0213 | 0.0209 | 0.0219 | 0.0232 | 0.0211 | 0.0218 | 0.0215 | 0.0007 | 3.08 |
| **Fe** | 0.1406 | 0.1431 | 0.1408 | 0.1468 | 0.1448 | 0.1485 | 0.1436 | 0.1459 | 0.1426 | 0.1491 | 0.1521 | 0.1452 | 0.0036 | 2.49 |
| **Mo** | 0.0580 | 0.0619 | 0.0567 | 0.0633 | 0.0555 | 0.0560 | 0.0536 | 0.0588 | 0.0604 | 0.0615 | 0.0577 | 0.0585 | 0.0030 | 5.15 |
| **Al** | 0.0147 | 0.0158 | 0.0156 | 0.0153 | 0.0166 | 0.0157 | 0.0153 | 0.0154 | 0.0149 | 0.0148 | 0.0138 | 0.0153 | 0.0007 | 4.73 |
| **Si** | 0.0182 | 0.0179 | 0.0178 | 0.0186 | 0.0183 | 0.0190 | 0.0179 | 0.0183 | 0.0183 | 0.0180 | 0.0184 | 0.0183 | 0.0004 | 1.92 |
| **Pr** | 23.868 | 23.910 | 23.939 | 23.965 | 23.983 | 23.974 | 24.043 | 23.862 | 23.902 | 24.055 | 24.086 | 23.962 | 0.0754 | 0.31 |
| **样品4** | **C** | 0.0238 | 0.0229 | 0.0233 | 0.0232 | 0.0231 | 0.0234 | 0.0240 | 0.0253 | 0.0246 | 0.0280 | 0.0230 | 0.0241 | 0.0015 | 6.25 |
| **Fe** | 0.2939 | 0.2866 | 0.2848 | 0.2873 | 0.2959 | 0.2933 | 0.2925 | 0.2922 | 0.2956 | 0.2988 | 0.3020 | 0.2930 | 0.0052 | 1.78 |
| **Mo** | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Al** | 0.0280 | 0.0291 | 0.0289 | 0.0292 | 0.0284 | 0.0295 | 0.0307 | 0.0301 | 0.0294 | 0.0313 | 0.0282 | 0.0293 | 0.0010 | 3.50 |
| **Si** | 0.0322 | 0.0329 | 0.0322 | 0.0330 | 0.0328 | 0.0331 | 0.0335 | 0.0333 | 0.0332 | 0.0336 | 0.0345 | 0.0331 | 0.0006 | 1.95 |
| **Pr** | 24.342 | 24.421 | 24.453 | 24.478 | 24.491 | 24.530 | 24.564 | 24.347 | 24.293 | 24.407 | 24.145 | 24.406 | 0.1199 | 0.49 |
| **样品5** | **C** | 0.0334 | 0.0349 | 0.0328 | 0.0320 | 0.0332 | 0.0346 | 0.0335 | 0.0337 | 0.0329 | 0.0335 | 0.0330 | 0.0334 | 0.0008 | 2.43 |
| **Fe** | 0.3461 | 0.3573 | 0.3470 | 0.3483 | 0.3439 | 0.3538 | 0.3489 | 0.3559 | 0.3580 | 0.3576 | 0.3616 | 0.3526 | 0.0059 | 1.68 |
| **Mo** | 0.0139 | 0.0134 | 0.0155 | 0.0144 | 0.0143 | 0.0146 | 0.0152 | 0.0127 | 0.0145 | 0.0151 | 0.0138 | 0.0143 | 0.0008 | 5.77 |
| **Al** | 0.0377 | 0.0378 | 0.0373 | 0.0363 | 0.0372 | 0.0369 | 0.0370 | 0.0368 | 0.0386 | 0.0377 | 0.0385 | 0.0374 | 0.0007 | 1.89 |
| **Si** | 0.0450 | 0.0462 | 0.0448 | 0.0451 | 0.0450 | 0.0449 | 0.0437 | 0.0439 | 0.0449 | 0.0457 | 0.0461 | 0.0450 | 0.0008 | 1.73 |
| **Pr** | 23.052 | 23.058 | 23.077 | 23.180 | 23.501 | 23.712 | 23.874 | 23.853 | 23.768 | 23.731 | 23.618 | 23.493 | 0.3355 | 1.43 |
| **样品6** | **C** | 0.0856 | 0.0859 | 0.0856 | 0.0873 | 0.0866 | 0.0860 | 0.0863 | 0.0857 | 0.0903 | 0.0953 | 0.0856 | 0.0873 | 0.0030 | 3.42 |
| **Fe** | 0.2852 | 0.2860 | 0.2816 | 0.2817 | 0.2837 | 0.2804 | 0.2844 | 0.2825 | 0.2963 | 0.2864 | 0.2790 | 0.2842 | 0.0046 | 1.62 |
| **Mo** | 0.0203 | 0.0227 | 0.0221 | 0.0228 | 0.0217 | 0.0223 | 0.0229 | 0.0221 | 0.0234 | 0.0228 | 0.0236 | 0.0224 | 0.0009 | 4.03 |
| **Al** | 0.0605 | 0.0592 | 0.0599 | 0.0593 | 0.0601 | 0.0608 | 0.0592 | 0.0588 | 0.0600 | 0.0583 | 0.0564 | 0.0593 | 0.0012 | 2.05 |
| **Si** | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Pr** | 19.760 | 19.757 | 19.743 | 19.851 | 19.464 | 19.526 | 19.624 | 19.649 | 19.417 | 19.272 | 19.180 | 19.568 | 0.2160 | 1.10 |
| **样品7** | **C** | 0.1573 | 0.1557 | 0.1569 | 0.1600 | 0.1596 | 0.1580 | 0.1612 | 0.1604 | 0.1623 | 0.1632 | 0.1576 | 0.1593 | 0.0024 | 1.50 |
| **Fe** | 1.0746 | 1.0301 | 1.0691 | 1.0929 | 1.0866 | 1.0748 | 1.0753 | 1.0867 | 1.1165 | 1.1058 | 1.0758 | 1.0808 | 0.0223 | 2.06 |
| **Mo** | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Al** | 0.0079 | 0.0074 | 0.0077 | 0.0077 | 0.0075 | 0.0081 | 0.0073 | 0.0092 | 0.0079 | 0.0081 | 0.0087 | 0.0080 | 0.0006 | 7.14 |
| **Si** | 0.0233 | 0.0226 | 0.0234 | 0.0236 | 0.0239 | 0.0236 | 0.0236 | 0.0240 | 0.0241 | 0.0240 | 0.0232 | 0.0236 | 0.0004 | 1.87 |
| **Pr** | 19.890 | 19.871 | 19.630 | 19.504 | 19.592 | 19.588 | 19.623 | 19.645 | 19.656 | 19.534 | 19.580 | 19.647 | 0.1243 | 0.63 |
| **样品8** | **C** | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Fe** | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Mo** | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Al** | 0.0275 | 0.0284 | 0.0280 | 0.0268 | 0.0283 | 0.0277 | 0.0264 | 0.0294 | 0.0288 | 0.0289 | 0.0284 | 0.0281 | 0.0009 | 3.21 |
| **Si** | 0.0346 | 0.0351 | 0.0352 | 0.0347 | 0.0347 | 0.0347 | 0.0345 | 0.0350 | 0.0348 | 0.0354 | 0.0353 | 0.0349 | 0.0003 | 0.87 |
| **Pr** | 32.900 | 32.754 | 32.891 | 32.818 | 32.859 | 32.802 | 32.753 | 32.968 | 32.953 | 32.687 | 32.721 | 32.828 | 0.0941 | 0.29 |

经检验，样品3的C测试结果需剔除0.0232一个数值，样品4的C测试结果需剔除0.0280一个数值，样品6的C测试结果需剔除0.0903和0.0953两个数值，样品6的Fe测试结果需剔除0.2963一个数值，样品7的Pr测试结果需剔除19.871和19.890两个数值，其余样品所有元素测试结果检验合格，无需剔除。

**3.3.3.4 验证实验室3精密度实验**

**表25 验证实验室3精密度实验结果**

| **样品** | **元素** | **测定结果/%** | | | | | | | | | | | **平均值**  **/%** | **标准偏差**  **/%** | **RSD/%** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
| **样品1** | **C** | 0.0131 | 0.0132 | 0.0141 | 0.0121 | 0.0125 | 0.0136 | 0.0129 | 0.0138 | 0.0142 | 0.0122 | 0.0124 | 0.0131 | 0.0008 | 5.74 |
| **Fe** | 0.0889 | 0.0867 | 0.0851 | 0.0864 | 0.0861 | 0.0852 | 0.0855 | 0.0836 | 0.0864 | 0.0871 | 0.0867 | 0.0862 | 0.0013 | 1.56 |
| **Mo** | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Al** | 0.0201 | 0.0184 | 0.0203 | 0.0187 | 0.0191 | 0.0182 | 0.0179 | 0.0205 | 0.0209 | 0.0199 | 0.0197 | 0.0194 | 0.0010 | 5.24 |
| **Si** | 0.0163 | 0.0166 | 0.0161 | 0.0163 | 0.0162 | 0.0166 | 0.0168 | 0.0165 | 0.0161 | 0.0162 | 0.0167 | 0.0164 | 0.0002 | 1.52 |
| **Pr** | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **样品2** | **C** | 0.0159 | 0.0165 | 0.0163 | 0.0157 | 0.0164 | 0.0159 | 0.0161 | 0.0164 | 0.0162 | 0.0166 | 0.0161 | 0.0162 | 0.0003 | 1.73 |
| **Fe** | 0.1997 | 0.1986 | 0.1964 | 0.1975 | 0.1983 | 0.2011 | 0.1963 | 0.1968 | 0.1958 | 0.1947 | 0.2017 | 0.1979 | 0.0022 | 1.12 |
| **Mo** | 0.0071 | 0.0062 | 0.0078 | 0.0069 | 0.0066 | 0.0073 | 0.0061 | 0.0075 | 0.0059 | 0.0061 | 0.0064 | 0.0067 | 0.0006 | 9.55 |
| **Al** | 0.0603 | 0.0611 | 0.0609 | 0.0623 | 0.0645 | 0.0637 | 0.0622 | 0.0658 | 0.0608 | 0.0604 | 0.0624 | 0.0622 | 0.0018 | 2.89 |
| **Si** | 0.0771 | 0.0781 | 0.0769 | 0.0764 | 0.0759 | 0.0761 | 0.0776 | 0.0783 | 0.0774 | 0.0762 | 0.0768 | 0.0770 | 0.0008 | 1.05 |
| **Pr** | 23.566 | 23.516 | 23.509 | 23.544 | 23.508 | 23.513 | 23.545 | 23.534 | 23.528 | 23.541 | 23.551 | 23.532 | 0.0191 | 0.08 |
| **样品3** | **C** | 0.0241 | 0.0234 | 0.0231 | 0.0229 | 0.0240 | 0.0236 | 0.0224 | 0.0228 | 0.0229 | 0.0235 | 0.0237 | 0.0233 | 0.0005 | 2.29 |
| **Fe** | 0.1391 | 0.1431 | 0.1436 | 0.1459 | 0.1466 | 0.1399 | 0.1397 | 0.1408 | 0.1429 | 0.1434 | 0.1428 | 0.1425 | 0.0025 | 1.72 |
| **Mo** | 0.0591 | 0.0588 | 0.0579 | 0.0594 | 0.0583 | 0.0587 | 0.0574 | 0.0569 | 0.0593 | 0.0597 | 0.0594 | 0.0586 | 0.0009 | 1.54 |
| **Al** | 0.0151 | 0.0153 | 0.0159 | 0.0155 | 0.0161 | 0.0149 | 0.0156 | 0.0150 | 0.0163 | 0.0159 | 0.0164 | 0.0156 | 0.0005 | 3.35 |
| **Si** | 0.0183 | 0.0187 | 0.0179 | 0.0177 | 0.0181 | 0.0183 | 0.0185 | 0.0176 | 0.0180 | 0.0186 | 0.0181 | 0.0182 | 0.0004 | 1.96 |
| **Pr** | 23.684 | 23.691 | 23.708 | 23.721 | 23.686 | 23.699 | 23.703 | 23.711 | 23.725 | 23.714 | 23.659 | 23.700 | 0.0192 | 0.08 |
| **样品4** | **C** | 0.0231 | 0.0233 | 0.0242 | 0.0239 | 0.0237 | 0.0246 | 0.0241 | 0.0235 | 0.0230 | 0.0240 | 0.0229 | 0.0237 | 0.0006 | 2.32 |
| **Fe** | 0.2801 | 0.2911 | 0.2931 | 0.2856 | 0.2799 | 0.2848 | 0.2905 | 0.2911 | 0.2934 | 0.2899 | 0.2894 | 0.2881 | 0.0048 | 1.67 |
| **Mo** | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Al** | 0.0271 | 0.0278 | 0.0278 | 0.0273 | 0.0275 | 0.0284 | 0.0283 | 0.0281 | 0.0290 | 0.0279 | 0.0276 | 0.0279 | 0.0005 | 1.94 |
| **Si** | 0.0291 | 0.0299 | 0.0289 | 0.0283 | 0.0302 | 0.0300 | 0.0301 | 0.0295 | 0.0296 | 0.0284 | 0.0286 | 0.0293 | 0.0007 | 2.39 |
| **Pr** | 24.331 | 24.309 | 24.108 | 24.227 | 24.219 | 24.107 | 24.117 | 24.138 | 24.224 | 24.114 | 24.326 | 24.202 | 0.0904 | 0.37 |
| **样品5** | **C** | 0.0319 | 0.0341 | 0.0344 | 0.0339 | 0.0334 | 0.0347 | 0.0329 | 0.0323 | 0.0328 | 0.0335 | 0.0339 | 0.0334 | 0.0009 | 2.63 |
| **Fe** | 0.3489 | 0.3600 | 0.3551 | 0.3564 | 0.3493 | 0.3495 | 0.3561 | 0.3578 | 0.3601 | 0.3603 | 0.3593 | 0.3557 | 0.0045 | 1.27 |
| **Mo** | 0.0112 | 0.0123 | 0.0109 | 0.0103 | 0.0110 | 0.0113 | 0.0107 | 0.0105 | 0.0101 | 0.0106 | 0.0115 | 0.0109 | 0.0006 | 5.67 |
| **Al** | 0.0331 | 0.0313 | 0.0314 | 0.0321 | 0.0319 | 0.0323 | 0.0328 | 0.0317 | 0.0318 | 0.0320 | 0.0322 | 0.0321 | 0.0005 | 1.69 |
| **Si** | 0.0441 | 0.0439 | 0.0451 | 0.0453 | 0.0448 | 0.0447 | 0.0437 | 0.0450 | 0.0455 | 0.0444 | 0.0436 | 0.0446 | 0.0007 | 1.48 |
| **Pr** | 23.671 | 23.568 | 23.664 | 23.651 | 23.591 | 23.594 | 23.587 | 23.579 | 23.583 | 23.588 | 23.596 | 23.607 | 0.0367 | 0.16 |
| **样品6** | **C** | 0.0843 | 0.0844 | 0.0849 | 0.0836 | 0.0845 | 0.0844 | 0.0854 | 0.0851 | 0.0856 | 0.0843 | 0.0847 | 0.0847 | 0.0006 | 0.67 |
| **Fe** | 0.2591 | 0.2604 | 0.2594 | 0.2564 | 0.2575 | 0.2571 | 0.2611 | 0.2613 | 0.2599 | 0.2593 | 0.2584 | 0.2591 | 0.0016 | 0.62 |
| **Mo** | 0.0239 | 0.0241 | 0.0246 | 0.0233 | 0.0236 | 0.0237 | 0.0234 | 0.0240 | 0.0241 | 0.0243 | 0.0250 | 0.0240 | 0.0005 | 2.12 |
| **Al** | 0.0552 | 0.0561 | 0.0564 | 0.0559 | 0.0566 | 0.0571 | 0.0572 | 0.0558 | 0.0573 | 0.0579 | 0.0554 | 0.0564 | 0.0009 | 1.52 |
| **Si** | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Pr** | 18.911 | 18.904 | 18.864 | 18.871 | 18.884 | 18.873 | 18.879 | 18.863 | 18.882 | 18.868 | 18.902 | 18.882 | 0.0168 | 0.09 |
| **样品7** | **C** | 0.1621 | 0.1542 | 0.1635 | 0.1610 | 0.1564 | 0.1623 | 0.1621 | 0.1633 | 0.1591 | 0.1586 | 0.1569 | 0.1600 | 0.0031 | 1.95 |
| **Fe** | 1.0211 | 1.0115 | 1.0477 | 1.0285 | 1.0342 | 1.0408 | 1.0296 | 1.0160 | 1.0388 | 1.0504 | 1.0255 | 1.0313 | 0.0125 | 1.21 |
| **Mo** | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Al** | 0.0072 | 0.0078 | 0.0069 | 0.0073 | 0.0081 | 0.0082 | 0.0076 | 0.0083 | 0.0066 | 0.0075 | 0.0083 | 0.0076 | 0.0006 | 7.63 |
| **Si** | 0.0252 | 0.0235 | 0.0228 | 0.0243 | 0.0265 | 0.0241 | 0.0235 | 0.0230 | 0.0255 | 0.0257 | 0.0241 | 0.0244 | 0.0012 | 4.90 |
| **Pr** | 19.836 | 19.477 | 19.490 | 19.456 | 19.567 | 19.337 | 19.756 | 19.654 | 19.538 | 19.611 | 19.551 | 19.570 | 0.1406 | 0.72 |
| **样品8** | **C** | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Fe** | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Mo** | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Al** | 0.0281 | 0.0278 | 0.0278 | 0.0276 | 0.0280 | 0.0283 | 0.0279 | 0.0280 | 0.0281 | 0.0283 | 0.0290 | 0.0281 | 0.0004 | 1.32 |
| **Si** | 0.0318 | 0.0339 | 0.0311 | 0.0313 | 0.0315 | 0.0321 | 0.0332 | 0.0326 | 0.0306 | 0.0311 | 0.0316 | 0.0319 | 0.0010 | 3.11 |
| Pr | 33.339 | 33.293 | 33.308 | 33.323 | 33.199 | 33.258 | 33.276 | 33.309 | 33.198 | 33.235 | 33.241 | 33.271 | 0.0485 | 0.15 |

经检验，所有样品的所有元素测试结果检验全部合格，无需剔除。

**3.3.3.5 验证实验室4精密度实验**

**表26 验证实验室4精密度实验结果**

| 样品 | 元素 | **测定结果/%** | | | | | | | | | | | **平均值**  **/%** | **标准偏差**  **/%** | **RSD/%** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
| **样品1** | C | 0.0111 | 0.0108 | 0.0105 | 0.0104 | 0.0107 | 0.0106 | 0.0112 | 0.0101 | 0.0103 | 0.0109 | 0.0104 | 0.0106 | 0.0003 | 3.21 |
| Fe | 0.0861 | 0.0844 | 0.0850 | 0.0845 | 0.0850 | 0.0873 | 0.0851 | 0.0863 | 0.0855 | 0.0856 | 0.0854 | 0.0855 | 0.0008 | 0.99 |
| Mo | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| Al | 0.0196 | 0.0217 | 0.0193 | 0.0207 | 0.0194 | 0.0210 | 0.0203 | 0.0208 | 0.0220 | 0.0212 | 0.0201 | 0.0206 | 0.0009 | 4.40 |
| Si | 0.0186 | 0.0191 | 0.0188 | 0.0188 | 0.0188 | 0.0191 | 0.0188 | 0.0191 | 0.0187 | 0.0191 | 0.0189 | 0.0189 | 0.0002 | 0.96 |
| Pr | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **样品2** | C | 0.0173 | 0.0166 | 0.0161 | 0.0166 | 0.0159 | 0.0156 | 0.0162 | 0.0154 | 0.0160 | 0.0158 | 0.0155 | 0.0161 | 0.0006 | 3.51 |
| Fe | 0.1940 | 0.1989 | 0.1966 | 0.1968 | 0.1963 | 0.1966 | 0.1982 | 0.1915 | 0.1922 | 0.2001 | 0.2017 | 0.1966 | 0.0031 | 1.60 |
| Mo | 0.0072 | 0.0067 | 0.0069 | 0.0074 | 0.0074 | 0.0071 | 0.0067 | 0.0072 | 0.0074 | 0.0072 | 0.0074 | 0.0071 | 0.0003 | 3.77 |
| Al | 0.0687 | 0.0680 | 0.0684 | 0.0674 | 0.0681 | 0.0691 | 0.0700 | 0.0674 | 0.0674 | 0.0671 | 0.0692 | 0.0683 | 0.0009 | 1.35 |
| Si | 0.0754 | 0.0756 | 0.0747 | 0.0746 | 0.0749 | 0.0752 | 0.0753 | 0.0750 | 0.0745 | 0.0762 | 0.0773 | 0.0753 | 0.0008 | 1.08 |
| Pr | 23.689 | 23.734 | 23.677 | 23.761 | 23.708 | 23.691 | 23.695 | 23.698 | 23.817 | 23.691 | 23.683 | 23.713 | 0.0423 | 0.18 |
| **样品3** | C | 0.0244 | 0.0220 | 0.0222 | 0.0224 | 0.0224 | 0.0220 | 0.0218 | 0.0220 | 0.0215 | 0.0222 | 0.0216 | 0.0222 | 0.0008 | 3.50 |
| Fe | 0.1380 | 0.1362 | 0.1386 | 0.1362 | 0.1371 | 0.1427 | 0.1367 | 0.1390 | 0.1402 | 0.1360 | 0.1419 | 0.1384 | 0.0023 | 1.69 |
| Mo | 0.0687 | 0.0670 | 0.0632 | 0.0668 | 0.0690 | 0.0725 | 0.0680 | 0.0667 | 0.0628 | 0.0641 | 0.0702 | 0.0672 | 0.0030 | 4.43 |
| Al | 0.0157 | 0.0150 | 0.0153 | 0.0155 | 0.0138 | 0.0140 | 0.0166 | 0.0155 | 0.0153 | 0.0143 | 0.0150 | 0.0151 | 0.0008 | 5.37 |
| Si | 0.0190 | 0.0185 | 0.0187 | 0.0182 | 0.0186 | 0.0196 | 0.0188 | 0.0188 | 0.0189 | 0.0187 | 0.0196 | 0.0189 | 0.0004 | 2.25 |
| Pr | 23.962 | 24.041 | 24.013 | 24.068 | 24.054 | 23.990 | 24.059 | 24.005 | 24.043 | 24.057 | 23.987 | 24.025 | 0.0355 | 0.15 |
| **样品4** | C | 0.0239 | 0.0235 | 0.0243 | 0.0236 | 0.0245 | 0.0237 | 0.0235 | 0.0240 | 0.0234 | 0.0238 | 0.0234 | 0.0238 | 0.0004 | 1.54 |
| Fe | 0.2774 | 0.2777 | 0.2800 | 0.2696 | 0.2762 | 0.2784 | 0.2786 | 0.2735 | 0.2705 | 0.2688 | 0.2784 | 0.2754 | 0.0041 | 1.47 |
| Mo | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| Al | 0.0288 | 0.0302 | 0.0303 | 0.0292 | 0.0282 | 0.0290 | 0.0305 | 0.0276 | 0.0311 | 0.0281 | 0.0306 | 0.0294 | 0.0012 | 4.01 |
| Si | 0.0343 | 0.0345 | 0.0350 | 0.0335 | 0.0342 | 0.0350 | 0.0351 | 0.0342 | 0.0348 | 0.0339 | 0.0344 | 0.0344 | 0.0005 | 1.45 |
| Pr | 24.331 | 24.409 | 24.343 | 24.393 | 24.296 | 24.307 | 24.362 | 24.371 | 24.319 | 24.355 | 24.410 | 24.354 | 0.0393 | 0.16 |
| **样品5** | C | 0.0349 | 0.0345 | 0.0340 | 0.0342 | 0.0351 | 0.0340 | 0.0337 | 0.0339 | 0.0343 | 0.0338 | 0.0332 | 0.0341 | 0.0005 | 1.59 |
| Fe | 0.3291 | 0.3165 | 0.3246 | 0.3279 | 0.3343 | 0.3402 | 0.3228 | 0.3328 | 0.3253 | 0.3296 | 0.3348 | 0.3289 | 0.0066 | 2.00 |
| Mo | 0.0155 | 0.0139 | 0.0152 | 0.0144 | 0.0156 | 0.0146 | 0.0151 | 0.0155 | 0.0166 | 0.0151 | 0.0159 | 0.0152 | 0.0007 | 4.87 |
| Al | 0.0362 | 0.0363 | 0.0363 | 0.0371 | 0.0389 | 0.0366 | 0.0369 | 0.0370 | 0.0364 | 0.0369 | 0.0367 | 0.0368 | 0.0007 | 2.03 |
| Si | 0.0447 | 0.0444 | 0.0456 | 0.0449 | 0.0455 | 0.0465 | 0.0459 | 0.0462 | 0.0448 | 0.0461 | 0.0462 | 0.0455 | 0.0007 | 1.58 |
| Pr | 23.730 | 23.687 | 23.718 | 23.735 | 23.738 | 23.666 | 23.681 | 23.720 | 23.766 | 23.790 | 23.755 | 23.726 | 0.0374 | 0.16 |
| **样品6** | C | 0.0901 | 0.0911 | 0.0919 | 0.0910 | 0.0918 | 0.0923 | 0.0920 | 0.0907 | 0.0922 | 0.0924 | 0.0921 | 0.0916 | 0.0008 | 0.82 |
| Fe | 0.2581 | 0.2619 | 0.2642 | 0.2586 | 0.2633 | 0.2678 | 0.2597 | 0.2657 | 0.2706 | 0.2618 | 0.2688 | 0.2636 | 0.0042 | 1.59 |
| Mo | 0.0242 | 0.0238 | 0.0252 | 0.0256 | 0.0242 | 0.0248 | 0.0239 | 0.0253 | 0.0251 | 0.0256 | 0.0253 | 0.0248 | 0.0007 | 2.72 |
| Al | 0.0612 | 0.0607 | 0.0624 | 0.0612 | 0.0622 | 0.0603 | 0.0628 | 0.0639 | 0.0623 | 0.0609 | 0.0614 | 0.0618 | 0.0011 | 1.72 |
| Si | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| Pr | 18.946 | 18.983 | 19.027 | 19.039 | 18.946 | 19.039 | 18.969 | 18.923 | 18.939 | 18.977 | 18.964 | 18.977 | 0.0409 | 0.22 |
| **样品7** | C | 0.1672 | 0.1653 | 0.1647 | 0.1659 | 0.1689 | 0.1672 | 0.1670 | 0.1668 | 0.1686 | 0.1699 | 0.1677 | 0.1672 | 0.0016 | 0.93 |
| Fe | 1.0821 | 1.0476 | 1.0728 | 1.0467 | 1.0511 | 1.0473 | 1.0396 | 1.0456 | 1.0445 | 1.0411 | 1.0425 | 1.0510 | 0.0136 | 1.30 |
| Mo | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| Al | 0.0077 | 0.0054 | 0.0066 | 0.0071 | 0.0059 | 0.0045 | 0.0061 | 0.0072 | 0.0055 | 0.0069 | 0.0064 | 0.0063 | 0.0009 | 14.86 |
| Si | 0.0241 | 0.0238 | 0.0233 | 0.0237 | 0.0232 | 0.0236 | 0.0233 | 0.0240 | 0.0241 | 0.0240 | 0.0233 | 0.0237 | 0.0004 | 1.49 |
| Pr | 20.092 | 20.105 | 20.020 | 20.049 | 20.081 | 20.032 | 20.178 | 20.067 | 20.117 | 20.112 | 20.132 | 20.089 | 0.0464 | 0.23 |
| **样品8** | C | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| Fe | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| Mo | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| Al | 0.0267 | 0.0271 | 0.0269 | 0.0266 | 0.0251 | 0.0258 | 0.0259 | 0.0257 | 0.0251 | 0.0264 | 0.0264 | 0.0262 | 0.0007 | 2.62 |
| Si | 0.0349 | 0.0344 | 0.0349 | 0.0347 | 0.0345 | 0.0344 | 0.0337 | 0.0346 | 0.0339 | 0.0345 | 0.0346 | 0.0345 | 0.0004 | 1.08 |
| Pr | 33.456 | 33.412 | 33.406 | 33.365 | 33.421 | 33.369 | 33.321 | 33.312 | 33.366 | 33.331 | 33.439 | 33.382 | 0.0486 | 0.15 |

经检验，样品3的C测试结果需剔除0.0244一个数值，样品7的Fe测试结果需剔除1.0728和1.0821两个数值，样品5的Al测试结果应剔除0.0389一个数值，样品2的Pr测试结果应剔除23.761，23.817两个数值，其余样品所有元素测试结果检验合格，无需剔除。

**3.3.3.6 验证实验室5精密度实验**

**表27 验证实验室5精密度实验结果**

| **样品** | **元素** | **测定结果/%** | | | | | | | | | | | **平均值**  **/%** | **标准偏差**  **/%** | **RSD/%** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
| **样品1** | **C** | 0.0130 | 0.0124 | 0.0136 | 0.0106 | 0.0115 | 0.0128 | 0.0137 | 0.0136 | 0.0135 | 0.0101 | 0.0131 | 0.0125 | 0.0013 | 10.07 |
| **Fe** | 0.0875 | 0.0860 | 0.0889 | 0.0954 | 0.0869 | 0.0872 | 0.0882 | 0.0780 | 0.0875 | 0.0866 | 0.0872 | 0.0873 | 0.0040 | 4.55 |
| **Mo** | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Al** | 0.0274 | 0.0237 | 0.0219 | 0.0225 | 0.0235 | 0.0236 | 0.0252 | 0.0232 | 0.0190 | 0.0230 | 0.0226 | 0.0232 | 0.0021 | 8.86 |
| **Si** | 0.0194 | 0.0195 | 0.0192 | 0.0193 | 0.0190 | 0.0194 | 0.0195 | 0.0186 | 0.0196 | 0.0194 | 0.0189 | 0.0193 | 0.0003 | 1.58 |
| **Pr** | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **样品2** | **C** | 0.0173 | 0.0170 | 0.0177 | 0.0199 | 0.0194 | 0.0177 | 0.0185 | 0.0156 | 0.0187 | 0.0169 | 0.0180 | 0.0179 | 0.0012 | 6.80 |
| **Fe** | 0.1953 | 0.1996 | 0.1772 | 0.1989 | 0.1963 | 0.1978 | 0.1997 | 0.1980 | 0.1958 | 0.1937 | 0.1699 | 0.1929 | 0.0099 | 5.13 |
| **Mo** | 0.0099 | 0.0096 | 0.0086 | 0.0104 | 0.0101 | 0.0092 | 0.0098 | 0.0100 | 0.0098 | 0.0106 | 0.0087 | 0.0097 | 0.0006 | 6.59 |
| **Al** | 0.0645 | 0.0667 | 0.0697 | 0.0675 | 0.0658 | 0.0673 | 0.0648 | 0.0686 | 0.0677 | 0.0666 | 0.0650 | 0.0667 | 0.0016 | 2.45 |
| **Si** | 0.0772 | 0.0754 | 0.0764 | 0.0766 | 0.0737 | 0.0763 | 0.0764 | 0.0775 | 0.0745 | 0.0740 | 0.0753 | 0.0758 | 0.0013 | 1.68 |
| **Pr** | 23.547 | 23.555 | 23.513 | 23.523 | 23.499 | 23.511 | 23.767 | 23.489 | 23.508 | 23.454 | 23.490 | 23.533 | 0.0826 | 0.35 |
| **样品3** | **C** | 0.0246 | 0.0230 | 0.0238 | 0.0244 | 0.0240 | 0.0251 | 0.0232 | 0.0269 | 0.0242 | 0.0240 | 0.0247 | 0.0244 | 0.0010 | 4.30 |
| **Fe** | 0.1404 | 0.1388 | 0.1396 | 0.1382 | 0.1365 | 0.1376 | 0.1388 | 0.1424 | 0.1239 | 0.1387 | 0.1461 | 0.1383 | 0.0054 | 3.93 |
| **Mo** | 0.0573 | 0.0570 | 0.0544 | 0.0562 | 0.0527 | 0.0530 | 0.0527 | 0.0516 | 0.0533 | 0.0510 | 0.0495 | 0.0535 | 0.0025 | 4.66 |
| **Al** | 0.0180 | 0.0160 | 0.0162 | 0.0195 | 0.0171 | 0.0158 | 0.0165 | 0.0173 | 0.0210 | 0.0162 | 0.0206 | 0.0177 | 0.0019 | 10.68 |
| **Si** | 0.0191 | 0.0194 | 0.0194 | 0.0195 | 0.0195 | 0.0195 | 0.0191 | 0.0197 | 0.0194 | 0.0193 | 0.0199 | 0.0194 | 0.0002 | 1.20 |
| **Pr** | 23.716 | 23.694 | 23.745 | 23.772 | 23.821 | 23.818 | 23.831 | 23.803 | 23.776 | 23.737 | 23.885 | 23.782 | 0.0565 | 0.24 |
| **样品4** | **C** | 0.0248 | 0.0256 | 0.0239 | 0.0267 | 0.0239 | 0.0290 | 0.0246 | 0.0246 | 0.0273 | 0.0255 | 0.0261 | 0.0256 | 0.0016 | 6.08 |
| **Fe** | 0.2722 | 0.2687 | 0.2700 | 0.2793 | 0.2810 | 0.2821 | 0.2757 | 0.2788 | 0.2778 | 0.2836 | 0.2824 | 0.2775 | 0.0051 | 1.85 |
| **Mo** | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Al** | 0.0285 | 0.0308 | 0.0329 | 0.0350 | 0.0316 | 0.0323 | 0.0312 | 0.0287 | 0.0329 | 0.0320 | 0.0288 | 0.0313 | 0.0020 | 6.50 |
| **Si** | 0.0326 | 0.0333 | 0.0337 | 0.0341 | 0.0335 | 0.0345 | 0.0337 | 0.0342 | 0.0340 | 0.0347 | 0.0339 | 0.0338 | 0.0006 | 1.72 |
| **Pr** | 24.019 | 24.037 | 24.073 | 24.102 | 24.083 | 24.188 | 24.162 | 24.179 | 24.152 | 24.194 | 24.190 | 24.125 | 0.0648 | 0.27 |
| **样品5** | **C** | 0.0343 | 0.0353 | 0.0366 | 0.0340 | 0.0338 | 0.0366 | 0.0358 | 0.0371 | 0.0366 | 0.0364 | 0.0359 | 0.0357 | 0.0012 | 3.26 |
| **Fe** | 0.3383 | 0.3228 | 0.3307 | 0.3387 | 0.3268 | 0.3246 | 0.2830 | 0.3204 | 0.2848 | 0.3191 | 0.3316 | 0.3200 | 0.0190 | 5.94 |
| **Mo** | 0.0167 | 0.0155 | 0.0159 | 0.0169 | 0.0153 | 0.0175 | 0.0158 | 0.0156 | 0.0149 | 0.0154 | 0.0162 | 0.0160 | 0.0008 | 4.89 |
| **Al** | 0.0378 | 0.0380 | 0.0389 | 0.0403 | 0.0399 | 0.0377 | 0.0390 | 0.0371 | 0.0350 | 0.0401 | 0.0388 | 0.0384 | 0.0015 | 4.01 |
| **Si** | 0.0450 | 0.0447 | 0.0461 | 0.0448 | 0.0461 | 0.0447 | 0.0453 | 0.0440 | 0.0448 | 0.0447 | 0.0448 | 0.0450 | 0.0006 | 1.39 |
| **Pr** | 23.410 | 23.411 | 23.490 | 23.466 | 23.422 | 23.357 | 23.403 | 23.365 | 23.562 | 23.457 | 23.417 | 23.432 | 0.0585 | 0.25 |
| **样品6** | **C** | 0.0919 | 0.0914 | 0.0894 | 0.0899 | 0.0877 | 0.0928 | 0.0889 | 0.0893 | 0.0886 | 0.0886 | 0.0886 | 0.0897 | 0.0016 | 1.79 |
| **Fe** | 0.2602 | 0.2597 | 0.2629 | 0.2661 | 0.2667 | 0.2645 | 0.2654 | 0.2627 | 0.2750 | 0.2605 | 0.2620 | 0.2641 | 0.0043 | 1.64 |
| **Mo** | 0.0234 | 0.0225 | 0.0234 | 0.0221 | 0.0210 | 0.0238 | 0.0235 | 0.0224 | 0.0245 | 0.0239 | 0.0224 | 0.0230 | 0.0010 | 4.36 |
| **Al** | 0.0597 | 0.0610 | 0.0614 | 0.0612 | 0.0602 | 0.0617 | 0.0630 | 0.0598 | 0.0618 | 0.0600 | 0.0588 | 0.0608 | 0.0012 | 1.98 |
| **Si** | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Pr** | 18.709 | 18.801 | 18.689 | 18.757 | 18.854 | 18.850 | 18.755 | 18.778 | 18.738 | 18.779 | 18.743 | 18.768 | 0.0519 | 0.28 |
| **样品7** | **C** | 0.1618 | 0.1610 | 0.1613 | 0.1631 | 0.1635 | 0.1626 | 0.1577 | 0.1580 | 0.1615 | 0.1607 | 0.1612 | 0.1611 | 0.0018 | 1.15 |
| **Fe** | 1.1000 | 0.9426 | 1.0757 | 1.1135 | 1.1070 | 1.1278 | 1.1041 | 1.1021 | 1.1280 | 1.1198 | 1.0655 | 1.0897 | 0.0525 | 4.82 |
| **Mo** | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Al** | 0.0080 | 0.0076 | 0.0083 | 0.0066 | 0.0076 | 0.0074 | 0.0104 | 0.0073 | 0.0079 | 0.0086 | 0.0077 | 0.0079 | 0.0010 | 12.21 |
| **Si** | 0.0233 | 0.0237 | 0.0235 | 0.0231 | 0.0235 | 0.0237 | 0.0238 | 0.0245 | 0.0237 | 0.0238 | 0.0237 | 0.0237 | 0.0004 | 1.49 |
| **Pr** | 19.889 | 19.968 | 19.972 | 19.973 | 19.940 | 20.036 | 20.101 | 19.979 | 19.976 | 20.030 | 20.002 | 19.987 | 0.0550 | 0.28 |
| **样品8** | **C** | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Fe** | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Mo** | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Al** | 0.0265 | 0.0254 | 0.0254 | 0.0272 | 0.0275 | 0.0289 | 0.0280 | 0.0273 | 0.0260 | 0.0262 | 0.0268 | 0.0268 | 0.0011 | 4.04 |
| **Si** | 0.0350 | 0.0358 | 0.0359 | 0.0349 | 0.0357 | 0.0357 | 0.0355 | 0.0355 | 0.0353 | 0.0358 | 0.0356 | 0.0355 | 0.0003 | 0.92 |
| **Pr** | 33.173 | 33.052 | 33.188 | 33.189 | 33.297 | 33.224 | 33.118 | 33.092 | 33.148 | 33.219 | 33.135 | 33.167 | 0.0682 | 0.21 |

经检验，样品2的Fe测试结果需剔除0.1699，0.1772两个数值，样品3的Fe测试结果需剔除0.1239一个数值，样品5的Fe测试结果应剔除0.2830和0.2848两个数值，样品7的Fe测试结果应剔除0.9426一个数值，样品8的Fe测试结果应剔除0.9336一个数值，样品7的Al测试结果应剔除0.0650一个数值，样品2的Pr测试结果应剔除23.767一个数值，其余样品所有元素测试结果检验合格，无需剔除。

**3.3.3.7 验证实验室6精密度实验**

**表28 验证实验室6精密度实验结果**

| **样品** | **元素** | **测定结果/%** | | | | | | | | | | | **平均值**  **/%** | **标准偏差**  **/%** | **RSD/%** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
| **样品1** | **C** | 0.0136 | 0.0129 | 0.0109 | 0.0116 | 0.0126 | 0.0125 | 0.0131 | 0.0119 | 0.0125 | 0.0122 | 0.0123 | 0.0124 | 0.0007 | 5.95 |
| **Fe** | 0.0875 | 0.0891 | 0.0887 | 0.0872 | 0.0872 | 0.0869 | 0.0866 | 0.0883 | 0.0892 | 0.0867 | 0.0865 | 0.0877 | 0.0010 | 1.16 |
| **Mo** | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Al** | 0.0185 | 0.0185 | 0.0174 | 0.0193 | 0.0197 | 0.0198 | 0.0184 | 0.0200 | 0.0203 | 0.0196 | 0.0197 | 0.0192 | 0.0009 | 4.58 |
| **Si** | 0.0182 | 0.0186 | 0.0183 | 0.0182 | 0.0183 | 0.0181 | 0.0179 | 0.0181 | 0.0182 | 0.0183 | 0.0177 | 0.0182 | 0.0002 | 1.28 |
| **Pr** | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **样品2** | **C** | 0.0169 | 0.0171 | 0.0175 | 0.0169 | 0.0162 | 0.0172 | 0.0174 | 0.0166 | 0.0172 | 0.0165 | 0.0165 | 0.0169 | 0.0004 | 2.46 |
| **Fe** | 0.2004 | 0.2076 | 0.2017 | 0.2028 | 0.1999 | 0.1991 | 0.1996 | 0.2044 | 0.2010 | 0.2008 | 0.2021 | 0.2017 | 0.0025 | 1.22 |
| **Mo** | 0.0062 | 0.0073 | 0.0071 | 0.0080 | 0.0076 | 0.0070 | 0.0072 | 0.0067 | 0.0072 | 0.0079 | 0.0079 | 0.0073 | 0.0005 | 7.53 |
| **Al** | 0.0659 | 0.0674 | 0.0665 | 0.0661 | 0.0671 | 0.0668 | 0.0676 | 0.0693 | 0.0661 | 0.0681 | 0.0677 | 0.0671 | 0.0010 | 1.52 |
| **Si** | 0.0764 | 0.0769 | 0.0754 | 0.0760 | 0.0770 | 0.0758 | 0.0750 | 0.0757 | 0.0753 | 0.0749 | 0.0784 | 0.0761 | 0.0010 | 1.37 |
| **Pr** | 23.536 | 23.621 | 23.607 | 23.622 | 23.533 | 23.564 | 23.600 | 23.610 | 23.588 | 23.572 | 23.604 | 23.587 | 0.0317 | 0.13 |
| **样品3** | **C** | 0.0231 | 0.0224 | 0.0225 | 0.0221 | 0.0229 | 0.0230 | 0.0221 | 0.0216 | 0.0214 | 0.0232 | 0.0218 | 0.0224 | 0.0006 | 2.80 |
| **Fe** | 0.1409 | 0.1475 | 0.1415 | 0.1391 | 0.1399 | 0.1355 | 0.1387 | 0.1452 | 0.1436 | 0.1418 | 0.1427 | 0.1415 | 0.0033 | 2.32 |
| **Mo** | 0.0579 | 0.0641 | 0.0652 | 0.0628 | 0.0622 | 0.0678 | 0.0633 | 0.0658 | 0.0577 | 0.0634 | 0.0613 | 0.0629 | 0.0031 | 4.89 |
| **Al** | 0.0147 | 0.0146 | 0.0155 | 0.0164 | 0.0158 | 0.0149 | 0.0145 | 0.0137 | 0.0149 | 0.0138 | 0.0139 | 0.0148 | 0.0009 | 5.75 |
| **Si** | 0.0184 | 0.0185 | 0.0187 | 0.0185 | 0.0188 | 0.0187 | 0.0185 | 0.0185 | 0.0183 | 0.0192 | 0.0181 | 0.0186 | 0.0003 | 1.55 |
| **Pr** | 23.784 | 23.856 | 23.775 | 23.691 | 23.713 | 23.604 | 23.970 | 23.928 | 23.986 | 23.871 | 23.900 | 23.825 | 0.1224 | 0.51 |
| **样品4** | **C** | 0.0246 | 0.0231 | 0.0236 | 0.0236 | 0.0248 | 0.0231 | 0.0230 | 0.0236 | 0.0242 | 0.0227 | 0.0235 | 0.0236 | 0.0007 | 2.83 |
| **Fe** | 0.2831 | 0.2781 | 0.2862 | 0.2758 | 0.2939 | 0.2810 | 0.2796 | 0.2865 | 0.2828 | 0.2820 | 0.2855 | 0.2832 | 0.0049 | 1.73 |
| **Mo** | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Al** | 0.0282 | 0.0270 | 0.0283 | 0.0272 | 0.0287 | 0.0298 | 0.0298 | 0.0279 | 0.0270 | 0.0298 | 0.0295 | 0.0285 | 0.0011 | 3.97 |
| **Si** | 0.0343 | 0.0339 | 0.0353 | 0.0344 | 0.0351 | 0.0343 | 0.0338 | 0.0335 | 0.0336 | 0.0343 | 0.0336 | 0.0342 | 0.0006 | 1.74 |
| **Pr** | 24.209 | 24.191 | 24.246 | 24.171 | 24.204 | 24.189 | 24.143 | 24.223 | 24.194 | 24.155 | 24.054 | 24.180 | 0.0510 | 0.21 |
| **样品5** | **C** | 0.0331 | 0.0327 | 0.0327 | 0.0319 | 0.0311 | 0.0345 | 0.0337 | 0.0327 | 0.0340 | 0.0350 | 0.0337 | 0.0332 | 0.0011 | 3.43 |
| **Fe** | 0.3313 | 0.3426 | 0.3332 | 0.3366 | 0.3370 | 0.3416 | 0.3421 | 0.3356 | 0.3308 | 0.3391 | 0.3297 | 0.3363 | 0.0047 | 1.39 |
| **Mo** | 0.0160 | 0.0156 | 0.0174 | 0.0168 | 0.0165 | 0.0163 | 0.0168 | 0.0167 | 0.0167 | 0.0177 | 0.0171 | 0.0166 | 0.0006 | 3.59 |
| **Al** | 0.0337 | 0.0371 | 0.0359 | 0.0347 | 0.0349 | 0.0363 | 0.0354 | 0.0355 | 0.0350 | 0.0361 | 0.0353 | 0.0354 | 0.0009 | 2.56 |
| **Si** | 0.0449 | 0.0453 | 0.0459 | 0.0452 | 0.0462 | 0.0456 | 0.0455 | 0.0447 | 0.0446 | 0.0451 | 0.0433 | 0.0451 | 0.0008 | 1.72 |
| **Pr** | 23.683 | 23.663 | 23.721 | 23.601 | 23.471 | 23.741 | 23.670 | 23.613 | 23.658 | 23.665 | 23.615 | 23.645 | 0.0722 | 0.31 |
| **样品6** | **C** | 0.0898 | 0.0870 | 0.0887 | 0.0890 | 0.0867 | 0.0871 | 0.0879 | 0.0902 | 0.0889 | 0.0894 | 0.0886 | 0.0885 | 0.0012 | 1.32 |
| **Fe** | 0.2670 | 0.2736 | 0.2733 | 0.2750 | 0.2741 | 0.2680 | 0.2736 | 0.2687 | 0.2688 | 0.2676 | 0.2696 | 0.2708 | 0.0030 | 1.12 |
| **Mo** | 0.0254 | 0.0273 | 0.0268 | 0.0290 | 0.0276 | 0.0267 | 0.0260 | 0.0275 | 0.0269 | 0.0282 | 0.0276 | 0.0272 | 0.0010 | 3.65 |
| **Al** | 0.0561 | 0.0568 | 0.0606 | 0.0574 | 0.0590 | 0.0591 | 0.0603 | 0.0609 | 0.0578 | 0.0593 | 0.0571 | 0.0586 | 0.0016 | 2.80 |
| **Si** | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Pr** | 18.914 | 19.025 | 19.016 | 19.014 | 18.950 | 18.953 | 18.925 | 18.983 | 18.977 | 19.010 | 19.025 | 18.981 | 0.0405 | 0.21 |
| **样品7** | **C** | 0.1570 | 0.1552 | 0.1545 | 0.1557 | 0.1555 | 0.1559 | 0.1557 | 0.1562 | 0.1547 | 0.1541 | 0.1541 | 0.1553 | 0.0009 | 0.59 |
| **Fe** | 1.0560 | 1.0828 | 1.0951 | 1.1123 | 1.0556 | 1.0661 | 1.1112 | 1.1100 | 1.1114 | 1.0726 | 1.0841 | 1.0871 | 0.0224 | 2.06 |
| **Mo** | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Al** | 0.0062 | 0.0063 | 0.0054 | 0.0070 | 0.0063 | 0.0070 | 0.0063 | 0.0062 | 0.0046 | 0.0074 | 0.0067 | 0.0063 | 0.0008 | 12.35 |
| **Si** | 0.0221 | 0.0232 | 0.0231 | 0.0235 | 0.0221 | 0.0226 | 0.0231 | 0.0230 | 0.0231 | 0.0227 | 0.0231 | 0.0229 | 0.0004 | 1.97 |
| **Pr** | 20.087 | 19.977 | 20.009 | 20.014 | 20.062 | 20.048 | 20.059 | 19.983 | 19.998 | 19.988 | 20.047 | 20.024 | 0.0373 | 0.19 |
| **样品8** | **C** | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Fe** | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Mo** | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Al** | 0.0245 | 0.0254 | 0.0248 | 0.0262 | 0.0265 | 0.0254 | 0.0248 | 0.0266 | 0.0259 | 0.0253 | 0.0257 | 0.0256 | 0.0007 | 2.74 |
| **Si** | 0.0345 | 0.0340 | 0.0340 | 0.0339 | 0.0344 | 0.0345 | 0.0350 | 0.0348 | 0.0346 | 0.0348 | 0.0353 | 0.0345 | 0.0004 | 1.28 |
| **Pr** | 33.170 | 33.091 | 33.096 | 33.073 | 33.168 | 33.092 | 33.165 | 33.238 | 33.255 | 33.234 | 33.141 | 33.157 | 0.0649 | 0.20 |

经检验，所有样品的所有元素测试结果检验全部合格，无需剔除。

**3.4 重复性限和再现性限**

**3.4.1精密度实验结果的数理统计**

将单元内剔除异常值之后的各实验室对各统一样品C、Fe、Mo、Al、Si、Pr的测试结果平均值分别汇总于表29~表34中。

将单元内剔除异常值之后的各实验室对各统一样品C、Fe、Mo、Al、Si、Pr的测试结果标准偏差分别汇总于表35~表40中。

**表29各实验室对各统一样品C的测试结果平均值**

| **实验室** | **单位名称** | **样品1** | **样品2** | **样品3** | **样品4** | **样品5** | **样品6** | **样品7** | **样品8** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **1#** | **起草单位** | 0.0090 | 0.0137 | 0.0202 | 0.0216 | 0.0310 | 0.0829 | 0.1529 | / |
| **2#** | **验证实验室1** | 0.0109 | 0.0158 | 0.0218 | 0.0235 | 0.0328 | 0.0872 | 0.1554 | / |
| **3#** | **验证实验室2** | 0.0105 | 0.0158 | 0.0213 | 0.0237 | 0.0334 | 0.0861 | 0.1593 | / |
| **4#** | **验证实验室3** | 0.0131 | 0.0162 | 0.0233 | 0.0237 | 0.0334 | 0.0847 | 0.1600 | / |
| **5#** | **验证实验室4** | 0.0106 | 0.0161 | 0.0220 | 0.0238 | 0.0341 | 0.0916 | 0.1672 | / |
| **6#** | **验证实验室5** | 0.0125 | 0.0179 | 0.0244 | 0.0256 | 0.0357 | 0.0897 | 0.1611 | / |
| **7#** | **验证实验室6** | 0.0124 | 0.0169 | 0.0224 | 0.0236 | 0.0332 | 0.0885 | 0.1553 | / |

**表30各实验室对各统一样品Fe的测试结果平均值**

| **实验室** | **单位名称** | **样品1** | **样品2** | **样品3** | **样品4** | **样品5** | **样品6** | **样品7** | **样品8** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **1#** | **起草单位** | 0.0852 | 0.1965 | 0.1387 | 0.2761 | 0.3308 | 0.2632 | 1.0892 | / |
| **2#** | **验证实验室1** | 0.0877 | 0.2000 | 0.1445 | 0.2907 | 0.3434 | 0.2724 | 1.1052 | / |
| **3#** | **验证实验室2** | 0.0893 | 0.2049 | 0.1452 | 0.2930 | 0.3526 | 0.2830 | 1.0808 | / |
| **4#** | **验证实验室3** | 0.0862 | 0.1979 | 0.1425 | 0.2881 | 0.3557 | 0.2591 | 1.0313 | / |
| **5#** | **验证实验室4** | 0.0855 | 0.1966 | 0.1384 | 0.2754 | 0.3289 | 0.2636 | 1.0452 | / |
| **6#** | **验证实验室5** | 0.0873 | 0.1972 | 0.1397 | 0.2775 | 0.3281 | 0.2641 | 1.1044 | / |
| **7#** | **验证实验室6** | 0.0877 | 0.2017 | 0.1415 | 0.2832 | 0.3363 | 0.2708 | 1.0871 | / |

**表31各实验室对各统一样品Mo的测试结果平均值**

| **实验室** | **单位名称** | **样品1** | **样品2** | **样品3** | **样品4** | **样品5** | **样品6** | **样品7** | **样品8** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **1#** | **起草单位** | / | 0.0066 | 0.0589 | / | 0.0138 | 0.0231 | / | / |
| **2#** | **验证实验室1** | / | 0.0072 | 0.0535 | / | 0.0161 | 0.0238 | / | / |
| **3#** | **验证实验室2** | / | 0.0066 | 0.0585 | / | 0.0143 | 0.0224 | / | / |
| **4#** | **验证实验室3** | / | 0.0067 | 0.0586 | / | 0.0109 | 0.0240 | / | / |
| **5#** | **验证实验室4** | / | 0.0071 | 0.0672 | / | 0.0152 | 0.0248 | / | / |
| **6#** | **验证实验室5** | / | 0.0097 | 0.0535 | / | 0.0160 | 0.0230 | / | / |
| **7#** | **验证实验室6** | / | 0.0073 | 0.0629 | / | 0.0166 | 0.0272 | / | / |

**表32各实验室对各统一样品Al的测试结果平均值**

| **实验室** | **单位名称** | **样品1** | **样品2** | **样品3** | **样品4** | **样品5** | **样品6** | **样品7** | **样品8** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **1#** | **起草单位** | 0.0206 | 0.0665 | 0.0155 | 0.0304 | 0.0379 | 0.0606 | 0.0072 | 0.0267 |
| **2#** | **验证实验室1** | 0.0211 | 0.0651 | 0.0161 | 0.0310 | 0.0366 | 0.0587 | 0.0073 | 0.0270 |
| **3#** | **验证实验室2** | 0.0214 | 0.0628 | 0.0153 | 0.0293 | 0.0374 | 0.0593 | 0.0080 | 0.0281 |
| **4#** | **验证实验室3** | 0.0194 | 0.0622 | 0.0156 | 0.0279 | 0.0321 | 0.0564 | 0.0076 | 0.0281 |
| **5#** | **验证实验室4** | 0.0206 | 0.0683 | 0.0151 | 0.0294 | 0.0366 | 0.0618 | 0.0063 | 0.0262 |
| **6#** | **验证实验室5** | 0.0232 | 0.0667 | 0.0177 | 0.0313 | 0.0384 | 0.0608 | 0.0079 | 0.0268 |
| **7#** | **验证实验室6** | 0.0192 | 0.0671 | 0.0148 | 0.0285 | 0.0354 | 0.0586 | 0.0063 | 0.0256 |

**表33各实验室对各统一样品Si的测试结果平均值**

| **实验室** | **单位名称** | **样品1** | **样品2** | **样品3** | **样品4** | **样品5** | **样品6** | **样品7** | **样品8** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **1#** | **起草单位** | 0.0189 | 0.0739 | 0.0182 | 0.0325 | 0.0447 | / | 0.0232 | 0.0339 |
| **2#** | **验证实验室1** | 0.0187 | 0.0757 | 0.0181 | 0.0333 | 0.0456 | / | 0.0234 | 0.0352 |
| **3#** | **验证实验室2** | 0.0177 | 0.0753 | 0.0183 | 0.0331 | 0.0450 | / | 0.0236 | 0.0349 |
| **4#** | **验证实验室3** | 0.0164 | 0.0770 | 0.0182 | 0.0293 | 0.0446 | / | 0.0244 | 0.0319 |
| **5#** | **验证实验室4** | 0.0189 | 0.0753 | 0.0189 | 0.0344 | 0.0455 | / | 0.0237 | 0.0345 |
| **6#** | **验证实验室5** | 0.0193 | 0.0758 | 0.0194 | 0.0338 | 0.0450 | / | 0.0237 | 0.0355 |
| **7#** | **验证实验室6** | 0.0182 | 0.0761 | 0.0186 | 0.0342 | 0.0451 | / | 0.0229 | 0.0345 |

**表34各实验室对各统一样品Pr的测试结果平均值**

| **实验室** | **单位名称** | **样品1** | **样品2** | **样品3** | **样品4** | **样品5** | **样品6** | **样品7** | **样品8** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **1#** | **起草单位** | / | 23.491 | 23.909 | 24.220 | 23.410 | 18.848 | 19.757 | 33.325 |
| **2#** | **验证实验室1** | / | 23.671 | 23.772 | 23.923 | 23.568 | 18.904 | 19.903 | 33.233 |
| **3#** | **验证实验室2** | / | 23.333 | 23.962 | 24.406 | 23.493 | 19.568 | 19.595 | 32.828 |
| **4#** | **验证实验室3** | / | 23.532 | 23.700 | 24.202 | 23.607 | 18.882 | 19.570 | 33.271 |
| **5#** | **验证实验室4** | / | 23.697 | 24.025 | 24.354 | 23.726 | 18.977 | 20.089 | 33.382 |
| **6#** | **验证实验室5** | / | 23.509 | 23.782 | 24.125 | 23.432 | 18.768 | 19.987 | 33.167 |
| **7#** | **验证实验室6** | / | 23.587 | 23.825 | 24.180 | 23.645 | 18.981 | 20.024 | 33.157 |

**表35各实验室对各统一样品C的测试结果标准偏差**

| **实验室** | **单位名称** | **样品1** | **样品2** | **样品3** | **样品4** | **样品5** | **样品6** | **样品7** | **样品8** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **1#** | **起草单位** | 0.00026 | 0.00039 | 0.00034 | 0.00026 | 0.00070 | 0.00088 | 0.00121 | / |
| **2#** | **验证实验室1** | 0.00049 | 0.00044 | 0.00054 | 0.00054 | 0.00055 | 0.00097 | 0.00104 | / |
| **3#** | **验证实验室2** | 0.00053 | 0.00046 | 0.00037 | 0.00078 | 0.00081 | 0.00058 | 0.00239 | / |
| **4#** | **验证实验室3** | 0.00075 | 0.00028 | 0.00053 | 0.00055 | 0.00088 | 0.00057 | 0.00312 | / |
| **5#** | **验证实验室4** | 0.00034 | 0.00056 | 0.00031 | 0.00037 | 0.00054 | 0.00075 | 0.00155 | / |
| **6#** | **验证实验室5** | 0.00126 | 0.00122 | 0.00105 | 0.00156 | 0.00116 | 0.00161 | 0.00185 | / |
| **7#** | **验证实验室6** | 0.00074 | 0.00042 | 0.00063 | 0.00067 | 0.00114 | 0.00117 | 0.00091 | / |

**表36各实验室对各统一样品Fe的测试结果标准偏差**

| **实验室** | **单位名称** | **样品1** | **样品2** | **样品3** | **样品4** | **样品5** | **样品6** | **样品7** | **样品8** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **1#** | **起草单位** | 0.00030 | 0.00327 | 0.00265 | 0.00498 | 0.00522 | 0.00284 | 0.02369 | / |
| **2#** | **验证实验室1** | 0.00120 | 0.00236 | 0.00273 | 0.00563 | 0.00706 | 0.00330 | 0.01269 | / |
| **3#** | **验证实验室2** | 0.00138 | 0.00345 | 0.00362 | 0.00522 | 0.00593 | 0.00246 | 0.02225 | / |
| **4#** | **验证实验室3** | 0.00135 | 0.00222 | 0.00245 | 0.00480 | 0.00451 | 0.00160 | 0.01250 | / |
| **5#** | **验证实验室4** | 0.00084 | 0.00314 | 0.00234 | 0.00405 | 0.00656 | 0.00418 | 0.00359 | / |
| **6#** | **验证实验室5** | 0.00397 | 0.00208 | 0.00275 | 0.00514 | 0.00723 | 0.00432 | 0.02053 | / |
| **7#** | **验证实验室6** | 0.00102 | 0.00247 | 0.00329 | 0.00490 | 0.00468 | 0.00305 | 0.02243 | / |

**表37各实验室对各统一样品Mo的测试结果标准偏差**

| **实验室** | **单位名称** | **样品1** | **样品2** | **样品3** | **样品4** | **样品5** | **样品6** | **样品7** | **样品8** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **1#** | **起草单位** | / | 0.00054 | 0.00159 | / | 0.00048 | 0.00108 | / | / |
| **2#** | **验证实验室1** | / | 0.00025 | 0.00104 | / | 0.00046 | 0.00079 | / | / |
| **3#** | **验证实验室2** | / | 0.00041 | 0.00301 | / | 0.00083 | 0.00090 | / | / |
| **4#** | **验证实验室3** | / | 0.00064 | 0.00090 | / | 0.00062 | 0.00051 | / | / |
| **5#** | **验证实验室4** | / | 0.00027 | 0.00298 | / | 0.00074 | 0.00068 | / | / |
| **6#** | **验证实验室5** | / | 0.00064 | 0.00249 | / | 0.00078 | 0.00100 | / | / |
| **7#** | **验证实验室6** | / | 0.00055 | 0.00308 | / | 0.00060 | 0.00099 | / | / |

**表38各实验室对各统一样品Al的测试结果标准偏差**

| **实验室** | **单位名称** | **样品1** | **样品2** | **样品3** | **样品4** | **样品5** | **样品6** | **样品7** | **样品8** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **1#** | **起草单位** | 0.00070 | 0.00187 | 0.00082 | 0.00090 | 0.00141 | 0.00094 | 0.00083 | 0.00089 |
| **2#** | **验证实验室1** | 0.00087 | 0.00144 | 0.00066 | 0.00078 | 0.00068 | 0.00091 | 0.00138 | 0.00088 |
| **3#** | **验证实验室2** | 0.00065 | 0.00115 | 0.00072 | 0.00103 | 0.00071 | 0.00122 | 0.00057 | 0.00090 |
| **4#** | **验证实验室3** | 0.00102 | 0.00180 | 0.00052 | 0.00054 | 0.00054 | 0.00086 | 0.00058 | 0.00037 |
| **5#** | **验证实验室4** | 0.00090 | 0.00092 | 0.00081 | 0.00118 | 0.00033 | 0.00106 | 0.00094 | 0.00068 |
| **6#** | **验证实验室5** | 0.00206 | 0.00164 | 0.00189 | 0.00204 | 0.00154 | 0.00120 | 0.00097 | 0.00108 |
| **7#** | **验证实验室6** | 0.00088 | 0.00102 | 0.00085 | 0.00113 | 0.00091 | 0.00164 | 0.00078 | 0.00070 |

**表39各实验室对各统一样品Si的测试结果标准偏差**

| **实验室** | **单位名称** | **样品1** | **样品2** | **样品3** | **样品4** | **样品5** | **样品6** | **样品7** | **样品8** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **1#** | **起草单位** | 0.00031 | 0.00074 | 0.00029 | 0.00022 | 0.00042 | / | 0.00029 | 0.00038 |
| **2#** | **验证实验室1** | 0.00022 | 0.00110 | 0.00020 | 0.00056 | 0.00058 | / | 0.00021 | 0.00025 |
| **3#** | **验证实验室2** | 0.00021 | 0.00110 | 0.00035 | 0.00065 | 0.00078 | / | 0.00044 | 0.00030 |
| **4#** | **验证实验室3** | 0.00025 | 0.00081 | 0.00036 | 0.00070 | 0.00066 | / | 0.00119 | 0.00099 |
| **5#** | **验证实验室4** | 0.00018 | 0.00082 | 0.00043 | 0.00050 | 0.00072 | / | 0.00035 | 0.00037 |
| **6#** | **验证实验室5** | 0.00030 | 0.00127 | 0.00023 | 0.00058 | 0.00062 | / | 0.00035 | 0.00033 |
| **7#** | **验证实验室6** | 0.00023 | 0.00104 | 0.00029 | 0.00060 | 0.00077 | / | 0.00045 | 0.00044 |

**表40各实验室对各统一样品Pr的测试结果标准偏差**

| **实验室** | **单位名称** | **样品1** | **样品2** | **样品3** | **样品4** | **样品5** | **样品6** | **样品7** | **样品8** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **1#** | **起草单位** | / | 0.04323 | 0.05520 | 0.03931 | 0.03145 | 0.03505 | 0.04808 | 0.03928 |
| **2#** | **验证实验室1** | / | 0.05598 | 0.03952 | 0.05965 | 0.09825 | 0.05165 | 0.10005 | 0.09526 |
| **3#** | **验证实验室2** | / | 0.07891 | 0.07540 | 0.11985 | 0.33547 | 0.21599 | 0.05064 | 0.09410 |
| **4#** | **验证实验室3** | / | 0.01911 | 0.01916 | 0.09044 | 0.03670 | 0.01680 | 0.14065 | 0.04851 |
| **5#** | **验证实验室4** | / | 0.01666 | 0.03554 | 0.03935 | 0.03745 | 0.04091 | 0.04637 | 0.04864 |
| **6#** | **验证实验室5** | / | 0.02918 | 0.05648 | 0.06476 | 0.05852 | 0.05193 | 0.05499 | 0.06815 |
| **7#** | **验证实验室6** | / | 0.03169 | 0.12238 | 0.05096 | 0.07217 | 0.04052 | 0.03732 | 0.06485 |

**3.4.2 等精度检验**

采用科克伦（Cochran）检验法对每个样品剔除离群值后的不同实验室测定结果的平均值进行等精度检验。先计算m组数据的各组n个数据的方差，再计算其中的最大方差与m个方差和之比：



根据所取显著性水平α、数据组数m和重复测定次数n，从科克伦法检验临界值表查得临界值C(α,m,n)。当统计量Cmax小于显著性水平α=0.05的临界值，则接受被检测数据为正确值；当统计量Cmax大于显著性水平α=0.01的临界值，则被检测的数据为离群值，应当剔除；当统计量Cmax大于显著性水平α=0.05的临界值，但小于显著性水平α=0.01的临界值，则被检测的数据为岐离值，暂时保留进行后续检验。根据ISO5725.2-2020 8.3.6.2的NOTE2，为防止数据过度剔除而导致统计方法的不可靠，在离群值检验中IUPAC建议剔除的离群值比例不超过原始数据量的2/9。因实验室数p=7，为保证剩余数据具有可统计性，科克伦检验只进行一次，不进行循环检验。且经科克伦检验有数据剔除的测试结果不再进行后续的格拉布斯检验。

经查表，C(0.01,7,11)=0.3616，C(0.05,7,11)=0.3154，各元素的等精度检验结果如表41所示。被剔除的数据汇总于表42中。

**表41 各元素的等精度检验结果**

| **元素** | **项目** | **样品1** | **样品2** | **样品3** | **样品4** | **样品5** | **样品6** | **样品7** | **样品8** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **C** | **Smax2** | 0.000002 | 0.000001 | 0.000001 | 0.000002 | 0.000001 | 0.000003 | 0.000010 | / |
| **ΣS 2** | 0.000003 | 0.000003 | 0.000002 | 0.000004 | 0.000005 | 0.000007 | 0.000025 | / |
| **C** | 0.4679 | 0.5667 | 0.4536 | 0.5679 | 0.2624 | 0.3754 | 0.3952 | / |
| **检验结果** | 剔除 | 剔除 | 剔除 | 剔除 | OK | 剔除 | 剔除 | / |
| **Fe** | **Smax2** | 0.000016 | 0.000012 | 0.000013 | 0.000032 | 0.000052 | 0.000019 | 0.000561 | / |
| **ΣS 2** | 0.000023 | 0.000053 | 0.000057 | 0.000174 | 0.000250 | 0.000073 | 0.002311 | / |
| **C** | 0.6932 | 0.2230 | 0.2285 | 0.1825 | 0.2091 | 0.2557 | 0.2429 | / |
| **检验结果** | 剔除 | OK | OK | OK | OK | OK | OK | / |
| **Mo** | **Smax2** | / | 0.000000 | 0.000009 | / | 0.000001 | 0.000001 | / | / |
| **ΣS 2** | / | 0.000002 | 0.000038 | / | 0.000003 | 0.000005 | / | / |
| **C** | / | 0.2397 | 0.2488 | / | 0.2246 | 0.2189 | / | / |
| **检验结果** | / | OK | OK | / | OK | OK | / | / |
| **Al** | **Smax2** | 0.000004 | 0.000004 | 0.000004 | 0.000004 | 0.000002 | 0.000003 | 0.000002 | 0.000001 |
| **ΣS 2** | 0.000009 | 0.000015 | 0.000007 | 0.000010 | 0.000007 | 0.000009 | 0.000006 | 0.000005 |
| **C** | 0.4960 | 0.2390 | 0.5208 | 0.4331 | 0.3629 | 0.2922 | 0.3373 | 0.2530 |
| **检验结果** | 剔除 | OK | 剔除 | 剔除 | 剔除 | OK | 歧离 | OK |
| **Si** | **Smax2** | 0.000000 | 0.000002 | 0.000000 | 0.000000 | 0.000001 | / | 0.000001 | 0.000001 |
| **ΣS 2** | 0.000000 | 0.000007 | 0.000001 | 0.000002 | 0.000003 | / | 0.000002 | 0.000002 |
| **C** | 0.2179 | 0.2316 | 0.2604 | 0.2225 | 0.1989 | / | 0.6491 | 0.5694 |
| **检验结果** | OK | OK | OK | OK | OK | / | 剔除 | 剔除 |
| **Pr** | **Smax2** | / | 0.006227 | 0.014978 | 0.014365 | 0.112541 | 0.046653 | 0.019782 | 0.009075 |
| **ΣS 2** | / | 0.013728 | 0.030091 | 0.035987 | 0.134565 | 0.056844 | 0.041235 | 0.033043 |
| **C** | / | 0.4536 | 0.4978 | 0.3992 | 0.8363 | 0.8207 | 0.4797 | 0.2747 |
| **检验结果** | / | 剔除 | 剔除 | 剔除 | 剔除 | 剔除 | 剔除 | OK |

**表42 科克伦检验剔除数据汇总**

| **元素** | **实验室** | **样品1** | **样品2** | **样品3** | **样品4** | **样品5** | **样品6** | **样品7** | **样品8** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **C** | **起草单位** | OK | OK | OK | OK | OK | OK | OK | / |
| **验证实验室1** | OK | OK | OK | OK | OK | OK | OK | / |
| **验证实验室2** | OK | OK | OK | OK | OK | OK | OK | / |
| **验证实验室3** | OK | OK | OK | OK | OK | OK | 剔除 | / |
| **验证实验室4** | OK | OK | OK | OK | OK | OK | OK | / |
| **验证实验室5** | 剔除 | 剔除 | 剔除 | 剔除 | OK | 剔除 | OK | / |
| **验证实验室6** | OK | OK | OK | OK | OK | OK | OK | / |
| **Fe** | **起草单位** | OK | OK | OK | OK | OK | OK | OK | / |
| **验证实验室1** | OK | OK | OK | OK | OK | OK | OK | / |
| **验证实验室2** | OK | OK | OK | OK | OK | OK | OK | / |
| **验证实验室3** | OK | OK | OK | OK | OK | OK | OK | / |
| **验证实验室4** | OK | OK | OK | OK | OK | OK | OK | / |
| **验证实验室5** | 剔除 | OK | OK | OK | OK | OK | OK | / |
| **验证实验室6** | OK | OK | OK | OK | OK | OK | OK | / |
| **Mo** | **起草单位** | / | OK | OK | / | OK | OK | / | / |
| **验证实验室1** | / | OK | OK | / | OK | OK | / | / |
| **验证实验室2** | / | OK | OK | / | OK | OK | / | / |
| **验证实验室3** | / | OK | OK | / | OK | OK | / | / |
| **验证实验室4** | / | OK | OK | / | OK | OK | / | / |
| **验证实验室5** | / | OK | OK | / | OK | OK | / | / |
| **验证实验室6** | / | OK | OK | / | OK | OK | / | / |
| **Al** | **起草单位** | OK | OK | OK | OK | OK | OK | OK | OK |
| **验证实验室1** | OK | OK | OK | OK | OK | OK | OK | OK |
| **验证实验室2** | OK | OK | OK | OK | OK | OK | OK | OK |
| **验证实验室3** | OK | OK | OK | OK | OK | OK | 剔除 |  |
| **验证实验室4** | OK | OK | OK | OK | OK | OK | OK | OK |
| **验证实验室5** | 剔除 | OK | 剔除 | 剔除 | 剔除 | OK | OK | OK |
| **验证实验室6** | OK | OK | OK | OK | OK | OK | OK | OK |
| **Si** | **起草单位** | OK | OK | OK | OK | OK | OK | OK | OK |
| **验证实验室1** | OK | OK | OK | OK | OK | OK | OK | OK |
| **验证实验室2** | OK | OK | OK | OK | OK | OK | OK | OK |
| **验证实验室3** | OK | OK | OK | OK | OK | OK | 剔除 | 剔除 |
| **验证实验室4** | OK | OK | OK | OK | OK | OK | OK | OK |
| **验证实验室5** | OK | OK | OK | OK | OK | OK | OK | OK |
| **验证实验室6** | OK | OK | OK | OK | OK | OK | OK | OK |
| **Pr** | **起草单位** | OK | OK | OK | OK | OK | OK | OK | OK |
| **验证实验室1** | OK | OK | OK | OK | 剔除 | OK | OK | OK |
| **验证实验室2** | OK | 剔除 | OK | 剔除 | 剔除 | 剔除 | OK | OK |
| **验证实验室3** | OK | OK | OK | OK | OK | OK | 剔除 | OK |
| **验证实验室4** | OK | OK | OK | OK | OK | OK | OK | OK |
| **验证实验室5** | OK | OK | OK | OK | OK | OK | OK | OK |
| **验证实验室6** | OK | OK | 剔除 | OK | OK | OK | OK | OK |

**3.4.3 离群值检验**

对经过等精度检验后剩余的数据计算每个实验室对各个水平各元素的测试结果平均值，然后对各实验室间平均值进行格拉布斯检验，确认实验室对同一样品的测试结果是否存在离群值。如3.6.2所述，格拉布斯检验仅针对科克伦检验未进行剔除的数据。

进行格拉布斯检验时，先进行单一最小离群值和单一最大离群值的格拉布斯检验，若检验无需剔除，再进行双最小离群值和双最大离群值的格拉布斯检验，对某一组测试结果一旦出现需要剔除的数据时，即停止后续检验。

经查表，G单(0.01,7)=2.139, G单(0.05,7)=2.020, G双(0.01,7)=0.0308，G双(0.05,7)=0.0708.离群值检验结果如表43所示。

**表43 离群值检验结果**

| **元素** | **样品** | **单大值** | **单小值** | **G单大** | **G单小** | **检验结果（单大大）** | **检验结果（单小）** | **双大值** | **双小值** | **G双大** | **G双小** | **检验结果(双大)** | **检验结果(双小)** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **C** | 样品1 | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| 样品2 | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| 样品3 | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| 样品4 | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| 样品5 | 0.0357 | 0.0310 | 1.6277 | 1.6931 | OK | OK | 0.0341  0.0357 | 0.0310  0.0328 | 0.3518 | 0.3468 | OK | OK |
| 样品6 | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| 样品7 | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| 样品8 | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Fe** | 样品1 | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| 样品2 | 0.2049 | 0.1965 | 1.7945 | 0.8867 | OK | OK | 0.2017  0.2049 | 0.1965  0.1966 | 0.1363 | 0.6507 | OK | OK |
| 样品3 | 0.1452 | 0.1384 | 1.3707 | 1.1388 | OK | OK | 0.1445  0.1452 | 0.1384  0.1387 | 0.2848 | 0.4541 | OK | OK |
| 样品4 | 0.2930 | 0.2754 | 1.3120 | 1.0952 | OK | OK | 0.2907  0.2930 | 0.2754  0.2761 | 0.3681 | 0.4855 | OK | OK |
| 样品5 | 0.3557 | 0.3281 | 1.4326 | 0.9938 | OK | OK | 0.3526  0.3557 | 0.3281  0.3289 | 0.2097 | 0.5702 | OK | OK |
| 样品6 | 0.2830 | 0.2591 | 1.8626 | 1.1113 | OK | OK | 0.2724  0.2830 | 0.2591  0.2632 | 0.1822 | 0.6378 | OK | OK |
| 样品7 | 1.1052 | 1.0313 | 0.9647 | 1.6183 | OK | OK | 1.1044  1.1052 | 1.0313  1.0452 | 0.5780 | 0.0970 | OK | OK |
| 样品8 | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Mo** | 样品1 | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| 样品2 | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| 样品3 | 0.0672 | 0.0535 | 1.6767 | 1.1279 | OK | OK | 0.0629  0.0672 | 0.0535  0.0535 | 0.2231 | 0.4072 | OK | OK |
| 样品4 | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| 样品5 | 0.0166 | 0.0109 | 0.9918 | 1.9328 | OK | OK | 0.0161  0.0166 | 0.0109  0.0138 | 0.6519 | 0.1445 | OK | OK |
| 样品6 | 0.0272 | 0.0224 | 1.9779 | 1.0215 | OK | OK | 0.0248  0.0272 | 0.0224  0.0230 | 0.1081 | 0.6567 | OK | OK |
| 样品7 | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| 样品8 | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Al** | 样品1 | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| 样品2 | 0.0683 | 0.0622 | 1.1915 | 1.4495 | OK | OK | 0.0671  0.0683 | 0.0622  0.0628 | 0.5602 | 0.1695 | OK | OK |
| 样品3 | / | / | / | / | / | / |  |  | / | / | / | / |
| 样品4 | / | / | / | / | / | / |  |  | / | / | / | / |
| 样品5 | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| 样品6 | 0.0618 | 0.0564 | 1.2982 | 1.7052 | OK | OK | 0.0608  0.0618 | 0.0564  0.0586 | 0.4863 | 0.3127 | OK | OK |
| 样品7 | 0.0080 | 0.0063 | 1.0529 | 1.3254 | OK | OK | 0.0079  0.0080 | 0.0063  0.0063 | 0.4891 | 0.1883 | OK | OK |
| 样品8 | 0.0281 | 0.0256 | 1.2663 | 1.4627 | OK | OK | 0.0281  0.0281 | 0.0256  0.0262 | 0.2689 | 0.3599 | OK | OK |
| **Si** | 样品1 | 0.0193 | 0.0164 | 0.9798 | 1.9345 | OK | OK | 0.0189  0.0193 | 0.0164  0.0177 | 0.6854 | 0.1097 | OK | OK |
| 样品2 | 0.0770 | 0.0739 | 1.4999 | 1.8100 | OK | OK | 0.0761  0.0770 | 0.0739  0.0753 | 0.4447 | 0.2958 | OK | OK |
| 样品3 | 0.0194 | 0.0181 | 1.8938 | 0.8337 | OK | OK | 0.0189  0.014 | 0.0181  0.0182 | 0.0939 | 0.7201 | OK | OK |
| 样品4 | 0.0344 | 0.0293 | 0.8525 | 2.1023 | OK | 歧离 | 0.0342  0.0344 | 0.0293  0.0325 | 0.7150 | 0.0698 | OK | 歧离 |
| 样品5 | 0.0456 | 0.0446 | 1.3483 | 1.3895 | OK | OK | 0.0455  0.0456 | 0.0446  0.0447 | 0.2517 | 0.3752 | OK | OK |
| 样品6 | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| 样品7 | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| 样品8 | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| **Pr** | 样品1 | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| 样品2 | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| 样品3 | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| 样品4 | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| 样品5 | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| 样品6 | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| 样品7 | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / | / |
| 样品8 | 33.382 | 32.828 | 1.0357 | 2.0292 | OK | 歧离 | 33.325  33.382 | 32.828  33.157 | 0.6322 | 0.1393 | OK | OK |

**3.4.4重复性限和再现性限计算**

剔除离群值后，各参与单位实验数据统计如表44~49所示。以各元素的重复性限r（或再现性限R）对总平均值mj分别进行线性拟合与对数拟合，线性拟合结果进行两次加权迭代得到拟合截距a和斜率b；对数拟合不进行加权迭代，直接得到拟合截距c和斜率d。比较两种拟合方法相对残差，取相对残差较小的拟合方式作为最终拟合方式。同时参照ISO/TR 21074进行了变异系数计算和正确度判定，但未根据判定结果对数据进行剔除。剔除了测试结果总平均值与参考值之差的绝对值超出再现性限R的数据。由于精密度实验样品不是有证参考物质，而是由第三方检测实验室进行化学定值后的质控样品，因而根据化学定值测定次数和标准偏差估计精密度实验样品的不确定度。

式中，为精密度实验样品的估计不确定度，为样品化学定值标准偏差，为化学定值测量次数。

**表44 剔除离群值后各参与单位C实验结果统计**

|  | **样品1** | **样品2** | **样品3** | **样品4** | **样品5** | **样品6** | **样品7** | **样品8** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **总平均值mj** | 0.0111 | 0.0157 | 0.0218 | 0.0233 | 0.0334 | 0.0868 | 0.1585 | / |
| **总标准偏差sj** | 0.0014 | 0.0011 | 0.0010 | 0.0008 | 0.0014 | 0.0031 | 0.0052 | / |
| **T1** | 0.73 | 1.04 | 1.40 | 1.51 | 2.57 | 5.56 | 10.46 | / |
| **T2** | 0.01 | 0.02 | 0.03 | 0.04 | 0.09 | 0.48 | 1.66 | / |
| **T3** | 66 | 66 | 64 | 65 | 77 | 64 | 66 | / |
| **T4** | 726 | 726 | 684 | 705 | 847 | 686 | 726 | / |
| **T5** | 0.00002 | 0.00001 | 0.00001 | 0.00002 | 0.00005 | 0.00004 | 0.00015 | / |
| **P** | 6 | 6 | 6 | 6 | 7 | 6 | 6 | / |
| **S2rj** | 3.02E-07 | 1.89E-07 | 2.24E-07 | 3.03E-07 | 7.37E-07 | 7.31E-07 | 2.48E-06 | / |
| **Srj** | 5.49E-04 | 4.34E-04 | 4.73E-04 | 5.51E-04 | 8.59E-04 | 8.55E-04 | 1.57E-03 | / |
| **S2Lj** | 2.07E-06 | 1.17E-06 | 1.08E-06 | 6.96E-07 | 1.92E-06 | 9.53E-06 | 2.65E-05 | / |
| **S2Rj** | 2.38E-06 | 1.36E-06 | 1.31E-06 | 1.00E-06 | 2.66E-06 | 1.03E-05 | 2.90E-05 | / |
| **SRj** | 0.0015 | 0.0012 | 0.0011 | 0.0010 | 0.0016 | 0.0032 | 0.0054 | / |
| **rj** | 0.0015 | 0.0012 | 0.0013 | 0.0015 | 0.0024 | 0.0024 | 0.0044 | / |
| **Rj** | 0.0043 | 0.0033 | 0.0032 | 0.0028 | 0.0046 | 0.0090 | 0.0151 | / |
| **CV(R)** | 13.903 | 7.405 | 5.234 | 4.291 | 4.884 | 3.690 | 3.397 | / |
| **AIMCV(R)** | 7.033 | 6.228 | 5.559 | 5.437 | 4.800 | 3.446 | 2.797 | / |
| **MAXCV(R)** | 15.457 | 13.688 | 12.218 | 11.949 | 10.549 | 7.574 | 6.147 | / |
| **μ** | 0.011 | 0.016 | 0.021 | 0.023 | 0.035 | 0.086 | 0.159 | / |
| **δ** | 0.0001 | -0.0003 | 0.0008 | 0.0003 | -0.0016 | 0.0008 | -0.0005 | / |
| **A** | 0.7525 | 0.7480 | 0.7353 | 0.6809 | 0.6406 | 0.7738 | 0.7685 | / |
| **δ-ASR** | -0.0011 | -0.0011 | 0.0000 | -0.0004 | -0.0027 | -0.0017 | -0.0046 | / |
| **δ+ASR** | 0.0012 | 0.0006 | 0.0017 | 0.0010 | -0.0006 | 0.0033 | 0.0037 | / |
| **U’** | 0.0006 | 0.0005 | 0.0005 | 0.0004 | 0.0010 | 0.0009 | 0.0017 | / |
| **正确度判定** | OK | OK | OK | OK | \* | OK | OK | / |
| **是否剔除** | 否 | 否 | 否 | 否 | 否 | 否 | 否 | / |

精密度计算公式：

lgr=-2.0791+0.4293lgm 相关系数r=0.9003

R=0.0018+0.0762m 相关系数r=0.9301

**表45 剔除离群值后各参与单位Fe实验结果统计**

|  | **样品1** | **样品2** | **样品3** | **样品4** | **样品5** | **样品6** | **样品7** | **样品8** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **总平均值mj** | 0.0869 | 0.1992 | 0.1415 | 0.2834 | 0.3394 | 0.2680 | 1.0776 | / |
| **总标准偏差sj** | 0.0016 | 0.0031 | 0.0027 | 0.0073 | 0.0114 | 0.0081 | 0.0286 | / |
| **T1** | 5.74 | 14.95 | 10.76 | 21.82 | 25.48 | 20.36 | 79.78 | / |
| **T2** | 0.50 | 2.98 | 1.52 | 6.19 | 8.66 | 5.46 | 86.06 | / |
| **T3** | 66 | 75 | 76 | 77 | 75 | 76 | 74 | / |
| **T4** | 726 | 807 | 826 | 847 | 807 | 826 | 786 | / |
| **T5** | 0.00007 | 0.00052 | 0.00057 | 0.00174 | 0.00239 | 0.00072 | 0.02267 | / |
| **P** | 6 | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 | / |
| **S2rj** | 1.16E-06 | 7.72E-06 | 8.21E-06 | 2.48E-05 | 3.52E-05 | 1.05E-05 | 3.38E-04 | / |
| **Srj** | 1.08E-03 | 2.78E-03 | 2.87E-03 | 4.98E-03 | 5.93E-03 | 3.24E-03 | 1.84E-02 | / |
| **S2Lj** | 2.38E-06 | 9.30E-06 | 6.73E-06 | 5.13E-05 | 1.26E-04 | 6.13E-05 | 7.76E-04 | / |
| **S2Rj** | 3.54E-06 | 1.70E-05 | 1.49E-05 | 7.61E-05 | 1.61E-04 | 7.18E-05 | 1.11E-03 | / |
| **SRj** | 0.0019 | 0.0041 | 0.0039 | 0.0087 | 0.0127 | 0.0085 | 0.0334 | / |
| **rj** | 0.0030 | 0.0078 | 0.0080 | 0.0139 | 0.0166 | 0.0091 | 0.0515 | / |
| **Rj** | 0.0053 | 0.0115 | 0.0108 | 0.0244 | 0.0355 | 0.0237 | 0.0934 | / |
| **CV(R)** | 2.165 | 2.070 | 2.732 | 3.078 | 3.740 | 3.161 | 3.097 | / |
| **AIMCV(R)** | 3.445 | 2.584 | 2.909 | 2.287 | 2.148 | 2.331 | 1.439 | / |
| **MAXCV(R)** | 7.571 | 5.679 | 6.394 | 5.026 | 4.722 | 5.124 | 3.164 | / |
| **μ** | 0.090 | 0.204 | 0.146 | 0.288 | 0.345 | 0.275 | 1.083 | / |
| **δ** | -0.0031 | -0.0048 | -0.0045 | -0.0046 | -0.0056 | -0.0070 | -0.0054 | / |
| **A** | 0.6699 | 0.5679 | 0.5241 | 0.6215 | 0.6632 | 0.6898 | 0.6303 | / |
| **δ-ASR** | -0.0043 | -0.0071 | -0.0065 | -0.0100 | -0.0140 | -0.0128 | -0.0265 | / |
| **δ+ASR** | -0.0018 | -0.0024 | -0.0025 | 0.0008 | 0.0028 | -0.0011 | 0.0156 | / |
| **U’** | 0.0013 | 0.0017 | 0.0031 | 0.0019 | 0.0048 | 0.0018 | 0.0037 | / |
| **正确度判定** | \* | \* | \* | OK | OK | \* | OK | / |
| **是否剔除** | 否 | 是 | 是 | 否 | 否 | 否 | 否 | / |

精密度计算公式：

lgr=-1.3156+1.0754lgm 相关系数r=0.9764

R=-0.0028+0.0903m 相关系数r=0.9971

**表46 剔除离群值后各参与单位Mo实验结果统计**

|  | **样品1** | **样品2** | **样品3** | **样品4** | **样品5** | **样品6** | **样品7** | **样品8** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **总平均值mj** | / | 0.0069 | 0.0590 | / | 0.0147 | 0.0241 | / | / |
| **总标准偏差sj** | / | 0.0003 | 0.0049 | / | 0.0019 | 0.0016 | / | / |
| **T1** | / | 0.46 | 4.49 | / | 1.13 | 1.85 | / | / |
| **T2** | / | 0.00 | 0.27 | / | 0.02 | 0.04 | / | / |
| **T3** | / | 66 | 76 | / | 77 | 77 | / | / |
| **T4** | / | 705 | 826 | / | 847 | 847 | / | / |
| **T5** | / | 0.00002 | 0.00038 | / | 0.00003 | 0.00005 | / | / |
| **P** | / | 6 | 7 | / | 7 | 7 | / | / |
| **S2rj** | / | 2.85E-07 | 5.50E-06 | / | 4.33E-07 | 7.58E-07 | / | / |
| **Srj** | / | 5.34E-04 | 2.34E-03 | / | 6.58E-04 | 8.71E-04 | / | / |
| **S2Lj** | / | 7.76E-08 | 2.31E-05 | / | 3.76E-06 | 2.47E-06 | / | / |
| **S2Rj** | / | 3.63E-07 | 2.86E-05 | / | 4.19E-06 | 3.22E-06 | / | / |
| **SRj** | / | 0.0006 | 0.0053 | / | 0.0020 | 0.0018 | / | / |
| **rj** | / | 0.0015 | 0.0066 | / | 0.0018 | 0.0024 | / | / |
| **Rj** | / | 0.0017 | 0.0150 | / | 0.0057 | 0.0050 | / | / |
| **CV(R)** | / | 8.682 | 9.063 | / | 13.913 | 7.465 | / | / |
| **AIMCV(R)** | / | 8.273 | 3.940 | / | 6.376 | 5.377 | / | / |
| **MAXCV(R)** | / | 18.184 | 8.659 | / | 14.013 | 11.817 | / | / |
| **μ** | / | 0.006 | 0.061 | / | 0.015 | 0.026 | / | / |
| **δ** | / | 0.0009 | -0.0020 | / | -0.0003 | -0.0019 | / | / |
| **A** | / | 0.4275 | 0.6730 | / | 0.7051 | 0.6569 | / | / |
| **δ-ASR** | / | 0.0007 | -0.0056 | / | -0.0017 | -0.0031 | / | / |
| **δ+ASR** | / | 0.0012 | 0.0016 | / | 0.0012 | -0.0008 | / | / |
| **U’** | / | 0.00005 | 0.0008 | / | 0.0002 | 0.0004 | / | / |
| **正确度判定** | / | \* | OK | / | OK | \* | / | / |
| **是否剔除** | / | 否 | 否 | / | 否 | 否 | / | / |

精密度计算公式：

r=0.0008+0.0816m 相关系数r=0.9865

lgR=-0.6576+0.9515lgm 相关系数r=0.9556

**表47 剔除离群值后各参与单位Al实验结果统计**

|  | **样品1** | **样品2** | **样品3** | **样品4** | **样品5** | **样品6** | **样品7** | **样品8** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **总平均值mj** | 0.0204 | 0.0655 | 0.0154 | 0.0294 | 0.0360 | 0.0595 | 0.0072 | 0.0269 |
| **总标准偏差sj** | 0.0009 | 0.0023 | 0.0005 | 0.0012 | 0.0021 | 0.0018 | 0.0007 | 0.0009 |
| **T1** | 1.35 | 5.05 | 1.02 | 1.94 | 2.34 | 4.58 | 0.56 | 2.07 |
| **T2** | 0.03 | 0.33 | 0.02 | 0.06 | 0.08 | 0.27 | 0.00 | 0.06 |
| **T3** | 66 | 77 | 66 | 66 | 65 | 77 | 77 | 77 |
| **T4** | 726 | 847 | 726 | 726 | 705 | 847 | 847 | 847 |
| **T5** | 0.00004 | 0.00015 | 0.00003 | 0.00005 | 0.00004 | 0.00009 | 0.00006 | 0.00005 |
| **P** | 6 | 7 | 6 | 6 | 6 | 7 | 7 | 7 |
| **S2rj** | 7.17E-07 | 2.10E-06 | 5.45E-07 | 9.05E-07 | 7.06E-07 | 1.31E-06 | 8.12E-07 | 6.63E-07 |
| **Srj** | 8.47E-04 | 1.45E-03 | 7.39E-04 | 9.51E-04 | 8.40E-04 | 1.15E-03 | 9.01E-04 | 8.14E-04 |
| **S2Lj** | 7.34E-07 | 5.03E-06 | 1.59E-07 | 1.28E-06 | 4.49E-06 | 3.01E-06 | 4.10E-07 | 7.97E-07 |
| **S2Rj** | 1.45E-06 | 7.13E-06 | 7.05E-07 | 2.18E-06 | 5.19E-06 | 4.32E-06 | 1.22E-06 | 1.46E-06 |
| **SRj** | 0.0012 | 0.0027 | 0.0008 | 0.0015 | 0.0023 | 0.0021 | 0.0011 | 0.0012 |
| **rj** | 0.0024 | 0.0041 | 0.0021 | 0.0027 | 0.0024 | 0.0032 | 0.0025 | 0.0023 |
| **Rj** | 0.0034 | 0.0075 | 0.0024 | 0.0041 | 0.0064 | 0.0058 | 0.0031 | 0.0034 |
| **CV(R)** | 5.911 | 4.075 | 5.452 | 5.018 | 6.327 | 3.496 | 15.307 | 4.491 |
| **AIMCV(R)** | 5.695 | 3.799 | 6.275 | 5.014 | 4.675 | 3.929 | 8.159 | 5.172 |
| **MAXCV(R)** | 12.516 | 8.350 | 13.793 | 11.020 | 10.275 | 8.636 | 17.932 | 11.367 |
| **μ** | 0.021 | 0.067 | 0.015 | 0.030 | 0.036 | 0.060 | 0.008 | 0.026 |
| **δ** | -0.0006 | -0.0015 | 0.0004 | -0.0006 | 0.0000 | -0.0005 | -0.0008 | 0.0009 |
| **A** | 0.5938 | 0.6341 | 0.4357 | 0.6314 | 0.7491 | 0.6300 | 0.4662 | 0.5677 |
| **δ-ASR** | -0.0013 | -0.0032 | 0.0000 | -0.0015 | -0.0017 | -0.0018 | -0.0013 | 0.0002 |
| **δ+ASR** | 0.0001 | 0.0002 | 0.0008 | 0.0004 | 0.0017 | 0.0008 | -0.0003 | 0.0016 |
| **U’** | 0.0008 | 0.0010 | 0.0007 | 0.0005 | 0.0005 | 0.0010 | 0.0001 | 0.0002 |
| **正确度判定** | OK | OK | \* | OK | OK | OK | \* | \* |
| **是否剔除** | 否 | 否 | 否 | 否 | 否 | 否 | 否 | 否 |

精密度计算公式：

r=0.0019+0.0225m 相关系数r=0.7871

R=0.0017+0.0765m 相关系数r=0.8711

**表48 剔除离群值后各参与单位Si实验结果统计**

|  | **样品1** | **样品2** | **样品3** | **样品4** | **样品5** | **样品6** | **样品7** | **样品8** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **总平均值mj** | 0.0183 | 0.0756 | 0.0185 | 0.0336 | 0.0451 | / | 0.0234 | 0.0347 |
| **总标准偏差sj** | 0.0010 | 0.0009 | 0.0005 | 0.0007 | 0.0004 | / | 0.0003 | 0.0006 |
| **T1** | 1.41 | 5.82 | 1.43 | 2.22 | 3.47 | / | 1.54 | 2.29 |
| **T2** | 0.03 | 0.44 | 0.03 | 0.07 | 0.16 | / | 0.04 | 0.08 |
| **T3** | 77 | 77 | 77 | 66 | 77 | / | 66 | 66 |
| **T4** | 847 | 847 | 847 | 726 | 847 | / | 726 | 726 |
| **T5** | 0.00000 | 0.00007 | 0.00001 | 0.00002 | 0.00003 | / | 0.00001 | 0.00001 |
| **P** | 7 | 7 | 7 | 6 | 7 | / | 6 | 6 |
| **S2rj** | 6.14E-08 | 9.99E-07 | 9.91E-08 | 2.87E-07 | 4.38E-07 | / | 1.29E-07 | 1.24E-07 |
| **Srj** | 2.48E-04 | 9.99E-04 | 3.15E-04 | 5.35E-04 | 6.62E-04 | / | 3.59E-04 | 3.52E-04 |
| **S2Lj** | 9.54E-07 | 7.66E-07 | 2.31E-07 | 4.81E-07 | 1.03E-07 | / | 8.42E-08 | 3.28E-07 |
| **S2Rj** | 1.02E-06 | 1.76E-06 | 3.30E-07 | 7.67E-07 | 5.42E-07 | / | 2.13E-07 | 4.51E-07 |
| **SRj** | 0.0010 | 0.0013 | 0.0006 | 0.0009 | 0.0007 | / | 0.0005 | 0.0007 |
| **rj** | 0.0007 | 0.0028 | 0.0009 | 0.0015 | 0.0019 | / | 0.0010 | 0.0010 |
| **Rj** | 0.0028 | 0.0037 | 0.0016 | 0.0025 | 0.0021 | / | 0.0013 | 0.0019 |
| **CV(R)** | 5.507 | 1.757 | 3.103 | 2.609 | 1.633 | / | 1.971 | 1.934 |
| **AIMCV(R)** | 5.912 | 3.615 | 5.888 | 4.790 | 4.325 | / | 5.429 | 4.733 |
| **MAXCV(R)** | 12.993 | 7.946 | 12.940 | 10.527 | 9.505 | / | 11.931 | 10.403 |
| **μ** | 0.018 | 0.075 | 0.018 | 0.032 | 0.049 | / | 0.029 | 0.036 |
| **δ** | 0.0003 | 0.0006 | 0.0005 | 0.0016 | -0.0039 | / | -0.0056 | -0.0013 |
| **A** | 0.7202 | 0.5162 | 0.6316 | 0.6502 | 0.3810 | / | 0.5370 | 0.6934 |
| **δ-ASR** | -0.0004 | -0.0001 | 0.0001 | 0.0010 | -0.0042 | / | -0.0058 | -0.0017 |
| **δ+ASR** | 0.0010 | 0.0013 | 0.0009 | 0.0021 | -0.0036 | / | -0.0054 | -0.0008 |
| **U’** | 0.0002 | 0.0007 | 0.0003 | 0.0006 | 0.0002 | / | 0.0009 | 0.0014 |
| **正确度判定** | OK | OK | \* | \* | \* | / | \* | OK |
| **是否剔除** | 否 | 否 | 否 | 否 | 否 | / | 否 | 否 |

精密度计算公式：

lgr=-1.5649+0.8926lgm 相关系数r=0.9429

由于Si元素的总平均值mj与再现性限R两种拟合方式线性相关系数均低于0.65（参照ISO TR 21074-2016），认为该元素的再现性限R与总平均值mj之间不存在线性或对数线性相关关系（根据线性关系显著性的统计规定，对于n=9，95%置信度下两个变量有显著线性关系的相关系数应大于0.6664）。依据ISO TR21074:2016选择R最大值0.0037作为整个测定范围的再现性限。

**表49 剔除离群值后各参与单位Pr实验结果统计**

|  | **样品1** | **样品2** | **样品3** | **样品4** | **样品5** | **样品6** | **样品7** | **样品8** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **总平均值mj** | / | 23.581 | 23.858 | 24.167 | 23.565 | 18.893 | 19.893 | 33.194 |
| **总标准偏差sj** | / | 0.0863 | 0.1263 | 0.1419 | 0.1230 | 0.0809 | 0.1855 | 0.1807 |
| **T1** | / | 1485.46 | 1574.66 | 1595.04 | 1555.27 | 1246.97 | 1273.72 | 2555.98 |
| **T2** | / | 35025.84 | 37569.64 | 38548.97 | 36650.22 | 23559.78 | 25351.07 | 84846.48 |
| **T3** | / | 63 | 66 | 66 | 66 | 66 | 64 | 77 |
| **T4** | / | 665 | 726 | 726 | 726 | 726 | 686 | 847 |
| **T5** | / | 0.07047 | 0.15113 | 0.21623 | 0.22024 | 0.10190 | 0.20941 | 0.33043 |
| **P** | / | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 7 |
| **S2rj** | / | 1.24E-03 | 2.52E-03 | 3.60E-03 | 3.67E-03 | 1.70E-03 | 3.61E-03 | 4.72E-03 |
| **Srj** | / | 3.52E-02 | 5.02E-02 | 6.00E-02 | 6.06E-02 | 4.12E-02 | 6.01E-02 | 6.87E-02 |
| **S2Lj** | / | 7.08E-03 | 1.57E-02 | 1.98E-02 | 1.48E-02 | 6.39E-03 | 3.18E-02 | 3.22E-02 |
| **S2Rj** | / | 8.32E-03 | 1.82E-02 | 2.34E-02 | 1.85E-02 | 8.09E-03 | 3.54E-02 | 3.69E-02 |
| **SRj** | / | 0.0912 | 0.1351 | 0.1530 | 0.1359 | 0.0899 | 0.1881 | 0.1922 |
| **rj** | / | 0.0984 | 0.1405 | 0.1681 | 0.1696 | 0.1154 | 0.1682 | 0.1924 |
| **Rj** | / | 0.2553 | 0.3782 | 0.4285 | 0.3804 | 0.2518 | 0.5266 | 0.5382 |
| **CV(R)** | / | 0.387 | 0.566 | 0.633 | 0.577 | 0.476 | 0.945 | 0.579 |
| **AIMCV(R)** | / | 0.494 | 0.492 | 0.490 | 0.494 | 0.533 | 0.524 | 0.439 |
| **MAXCV(R)** | / | 1.086 | 1.081 | 1.077 | 1.086 | 1.172 | 1.152 | 0.964 |
| **μ** | / | 23.485 | 23.725 | 24.114 | 23.420 | 18.798 | 19.712 | 33.203 |
| **δ** | / | 0.0963 | 0.1334 | 0.0533 | 0.1447 | 0.0954 | 0.1806 | -0.0085 |
| **A** | / | 0.7441 | 0.7483 | 0.7421 | 0.7242 | 0.7197 | 0.7621 | 0.6965 |
| **δ-ASR** | / | 0.0285 | 0.0323 | -0.0603 | 0.0463 | 0.0307 | 0.0372 | -0.1424 |
| **δ+ASR** | / | 0.1642 | 0.2345 | 0.1669 | 0.2431 | 0.1601 | 0.3239 | 0.1254 |
| **U’** | / | 0.0255 | 0.0291 | 0.0221 | 0.0347 | 0.0218 | 0.0320 | 0.0425 |
| **正确度判定** | / | \* | \* | OK | \* | \* | \* | OK |
| **是否剔除** | / | 否 | 否 | 否 | 否 | 否 | 否 | 否 |

同样，由于Pr元素的总平均值mj与重复性限r或再现性限R两种拟合方式线性相关系数均低于0.65，认为该元素的重复性限r（或再现性限R）与总平均值mj之间不存在线性或对数线性相关关系。依据ISO TR21074:2016选择r、R最大值作为整个测定范围的重复性限和再现性限，即重复性限r=0.20，再现性限R=0.54.

**3.4.5精密度计算公式**

各元素的精密度计算公式汇总于表50中。

**表50 各元素的精密度计算公式**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **元素** | **测定范围（质量分数）m/%** | **重复性限r /%** | **再现性限R /%** |
| **C** | 0.010~0.20 | lgr=-2.0791+0.4293lgm | R=0.0018+0.0762m |
| **Fe** | 0.080~1.00 | lgr=-1.3156+1.0754lgm | R=-0.0028+0.0903m |
| **Mo** | 0.0060~0.075 | r=0.0008+0.0816m | lgR=-0.6576+0.9515lgm |
| **Al** | 0.0040~0.075 | r=0.0019+0.0225m | R=0.0017+0.0765m |
| **Si** | 0.015~0.085 | lgr=-1.5649+0.8926lgm | 0.0037 |
| **Pr** | 17.00~36.50 | 0.20 | 0.54 |

**四、标准水平和预期的社会效益**

起草单位检索了国内外现行的镨钕金属分析方法标准，查询结果见表51。未查到美、日、英、德、法、欧洲、ISO等相关国家或国际的类似标准。本标准未采用国际标准和国外标准。

**表51 国内外相关标准情况**

| **序号** | **标准编号** | **标准名称** | **标准**  **所属** | **适用**  **范围** | **标准调研情况** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 | GB/T 26417-2010 | 镨钕合金及其化合物化学分析方法 稀土配分量的测定 | 中国 | 镨钕金属及其化合物 | X射线荧光光谱法和ICP发射光谱法，需化学溶样，时间长 |
| 2 | GB/T 12690 | 稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法 | 中国 | 稀土金属及其氧化物 | 共19部分，不同元素采用不同测试方法 |
| 3 | GB/T 29656-2013 | 镨钕镝合金化学分析方法 | 中国 | 镨钕镝合金 | 不同元素采用不同测试方法 |
| 4 | IS 5425-3-1987 | 用邻菲罗啉-分光光度法测定混合稀土金属中的铁 | 印度 | 混合稀土金属 | 化学分析方法 |
| 5 | IS 5425-4-1987 | 采用邻菲罗啉-分光光度法测定混合稀土金属中的铝 | 印度 | 混合稀土金属 | 化学分析方法 |
| 6 | IS 5425-5-1987 | 采用管式炉加热-红外吸收法测定混合稀土金属中的碳 | 印度 | 混合稀土金属 | 管式炉加热-红外吸收法 |
| 7 | GOST 23862.4-1979 | 稀土金属及其氧化物 钒、铁、钴、硅、锰、铜、镍、铅、钛、铬含量的光谱测定法 | 俄罗斯 | 稀土金属及其氧化物 | ICP发射光谱方法 |
| 8 | GOST 23862.28-1979 | 稀土金属及其氧化物 钼和钨含量测定方法 | 俄罗斯 | 稀土金属及其氧化物 | 不同元素采用不同方法，均为化学分析方法 |
| 9 | GOST 23862.29-1979 | 稀土金属及其氧化物 钼含量测定方法 | 俄罗斯 | 稀土金属及其氧化物 |
| 10 | GOST 23862.33-1979 | 稀土金属及其氧化物 硅含量测定方法 | 俄罗斯 | 稀土金属及其氧化物 |

本标准首次用火花放电原子发射光谱法作为镨钕金属的分析手段，填补了稀土金属快速分析方法的空白。

本标准充分考虑了目前国内镨钕金属生产研发应用和检测的实际技术水平。本标准颁布执行后，将在国内形成对镨钕金属化学成分的快速分析测试标准，对于增加各机构检测数据之间的可靠性和可比性，助力我国镨钕金属产业的快速发展发挥着十分重要的作用。

**五、与现行法律、法规、规章及相关标准的协调性**

本标准的制定符合国家有关法律法规，符合产业政策的需求。本标准起草依据并引用了国内相关现行有效的标准，不违背国内其它行业标准、法律、法规及强制性标准的有关规定。

**六、标准中涉及专利的知识产权分析**

标准不涉及专利等知识产权。

**七、重大分歧意见的处理经过和依据**

暂无。

**八、贯彻标准的要求和措施建议**

本标准归口单位为全国稀土标准化技术委员会，建议作为推荐性标准向镨钕金属研发生产销售检测的相关企业和单位积极贯彻本标准的内容。

**九、废止现行相关标准的建议**

无。

**十、其它需说明事项**

无。