

有色金属行业标准
镍锰酸锂化学分析方法
第 6 部分：钾、钠、钙、铁、铜、
铬、镉含量的测定
电感耦合等离子体原子发射光谱法

**编
制
说
明**

（送审稿）

广东邦普循环科技有限公司

2021 年 6 月

一、工作简况

1.1 任务来源与计划下达

1.1.1 任务下达

根据工业和信息化部办公厅关于印发“2019 年第一批行业标准制修订和外文版项目计划的通知”（工信厅科函〔2019〕126 号）的文件精神，行业标准《镍锰酸锂化学分析方法 第 6 部分：钾、钠、钙、铁、铜、铬、镉、铅、硅含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口，项目计划编号：2019-0438T-YS，由广东邦普循环科技有限公司牵头起草，该标准计划完成年限 2021 年。

1.1.2 项目编制组单位变化情况

根据标准编制工作任务量，重新调整了编制组构成，具体为：青岛国合通用测试评价认证公司、江西省锂电产品质量监督检验中心、天津国安盟固利新材料科技股份有限公司、广州分析测试中心、清远佳致新材料研究有限公司、北矿检测技术有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、北京当升新材料科技股份有限公司、华友新能源（衢州）有限公司、湖南杉杉能源科技股份有限公司、蜂巢能源科技有限公司、赣州源滙通锂业股份有限公司、深圳清华大学研究院、贵州省分析测试研究院、紫金矿冶测试评价有限公司、广东佳纳能源科技有限公司、湖南长远锂科股份有限公司、宁德邦普循环科技有限公司等单位。

1.2 主要参加单位和工作成员及其所承担的工作

1.2.1 起草单位简介

邦普循环，创立于 2005 年，公司现有 6 大生产基地。广东邦普循环科技有限公司（下称“邦普”）作为邦普循环总部，位于广东佛山三水工业园区，总注册资本 13274.06892 万元人民币。具有多个国家级和省级科研平台，如国家和省级的企业技术中心、广东省院士工作站和工程技术研究开发中心、国家地方联合工程研究中心（广东）、省级企业技术中心等，还有 2 个国家标准研制平台。

通过几年的快速发展，邦普已形成“电池循环、载体循环和循环服务”三大产业板块，专业从事数码电池（手机和笔记本电脑等数码电子产品用充电电池）和动力电池（电动汽车用动力电池）回收处理、梯度储能利用；传统报废汽车回收拆解、关键零部件再制造；以及高端电池材料和汽车功能瓶颈材料的工业生产、商业化循环服务解决方案的提供。

2019 年，邦普销售锂离子电池正极材料 2.32 万吨、前驱体 5.4 万吨。邦普具有年处理废旧电池总量超过 150 000 吨、年生产镍钴锰氢氧化物 100 000 吨的产能。总收率超过 98.58%，回收处理规模和资源循环产能已跃居亚洲首位。邦普通过独创的逆向产品定位设计技术，在全球废旧电池回收领域率先破解废料还原的行业性难题，并成功开发和掌握了废料与原料对接的定向循环核心技术，一举成为回收行业为数不多的新材料企业。

邦普是国内同时拥有电池回收和汽车回收双料资质的资源综合利用企业。邦普围绕电池和汽车回收产业，邦普作为广东省创新型试点企业和战略性新兴产业骨干培育企业，已全面投入电动汽车全产业链循环服务解决方案的研究，以静脉回收推动动脉制造产业升级，为国家循环经济和低碳经济多做贡献。

1.2.2 主要参加单位情况

标准主编单位广东邦普循环科技有限公司，在标准预研过程中，积极主动收集国内外的锂离子电池正极材料微量金属杂质元素的测定方法，分析对比，结合检测中心的测试方法，选择电感耦合等离子体原子发射光谱法测定镍锰酸锂中微量金属杂质元素的含量予以立项申报。标准立项后，积

极召集行业内相关单位参与标准的制定工作。标准编制过程中，从公司技术中心及其他供样单位收集样品，从检测中心召集经验丰富的分析测试工程师、取制样技术员，对本标准进行充分的试验论证，编制标准文本、试验报告及标准编制说明，对收集的意见进行汇总处理。

一验单位青岛国合通用测试评价认证公司、江西省锂电产品质量监督检验中心、天津国安盟固利新材料科技股份有限公司等负责对试验报告中的条件试验及精密度试验进行验证，提供一验报告。

二验单位广州分析测试中心、清远佳致新材料研究有限公司、北矿检测技术有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、北京当升新材料科技股份有限公司、华友新能源（衢州）有限公司、湖南杉杉能源科技股份有限公司、蜂巢能源科技有限公司、赣州源汇通锂业股份有限公司、深圳清华大学研究院、贵州省分析测试研究院、紫金矿冶测试评价有限公司、广东佳纳能源科技有限公司、湖南长远锂科股份有限公司、宁德邦普循环科技有限公司等负责对试验报告中的精密度试验进行验证工作，提供二验报告。

牵头起草单位广东邦普循环科技有限公司，作为邦普循环总部，具有多个国家级和省级科研平台，如国家和省级的企业技术中心、广东省院士工作站和工程技术研究开发中心、国家地方联合工程研究中心（广东）、省级企业技术中心等，还有 2 个国家标准研制平台。邦普已形成“电池循环、载体循环和循环服务”三大产业板块，专业从事数码电池和动力电池回收处理、梯度储能利用；传统报废汽车回收拆解、关键零部件再制造；以及为高端电池材料和汽车功能瓶颈材料的工业生产、商业化循环服务解决方案的提供。

2019 年，邦普销售锂离子电池正极材料 2.32 万吨、前驱体 5.4 万吨。邦普具有年处理废旧电池总量超过 150 000 吨、年生产镍钴锰氢氧化物 100 000 吨的产能，回收处理规模和资源循环产能已跃居亚洲首位。邦普年回收拆解报废汽车设计总量为 20000 辆、回收和再生产钢炉精料 18000 吨、有色金属 900 吨、非金属及其他材料 5000 吨。

1.2.3 主要工作成员所负责的工作情况

本标准主要起草人及其工作职责见表 1。

表 1 主要起草人及工作职责

起草人	工作职责
李长东、余海军、张学梅、季师青	负责开展试验论证，标准文本、标准编制说明的撰写，意见汇总处理，参加标准讨论和审定会议
XXX	负责对试验报告进行验证，对标准技术进行审核，参加标准工作会议等

1.3 主要工作过程

1、立项阶段

2018 年 9 月，广东邦普循环科技有限公司向全国有色金属标准化技术委员会粉末冶金分会（SAC/TC243/SC1）提交行业标准《镍锰酸锂化学分析方法 第 6 部分：钾、钠、钙、铁、铜、铬、镉、铅、硅含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》项目建议书。

2018 年 10 月 31 日在合肥市召开的全有有色金属标准化技术委员会年会上通过专家论证。

2019 年 5 月 31 日，工业和信息化部印发 2019 年第一批行业标准制修订和外文版项目计划的通知（工信厅科函〔2019〕126 号），行业标准《镍锰酸锂化学分析方法 第 6 部分：钾、钠、钙、铁、铜、铬、镉、铅、硅含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》立项成功。

2、起草阶段

2019 年 10 月 28 日，全国有色金属标准化技术委员会在山东泰安组织召开了有色标准工作会议，来自广东邦普循环科技有限公司、清远佳致新材料研究有限公司、北矿检测技术有限公司、青岛国

合通用评价认证有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、赣州源滙通锂业股份有限公司、深圳清华大学研究院、贵州省分析测试研究院、江西省锂电产品质量监督检验中心、广州分析测试中心、紫金矿冶测试评价有限公司、金川集团股份有限公司、广东佳纳能源科技有限公司、湖南长远锂科股份有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、北京当升材料科技股份有限公司、蜂巢能源科技有限公司、天津国安盟固利新材料科技股份有限公司、华友新能源科技（衢州）有限公司、湖南杉杉能源科技股份有限公司、乳源东阳光磁性材料有限公司、格林美股份有限公司、浙江华友钴业股份有限公司等单位参加了会议，会议对《镍锰酸锂化学分析方法 第 6 部分：钾、钠、钙、铁、铜、铬、镉、铅、硅含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》进行了任务落实。

2020 年 3 月，广东邦普循环科技有限公司接受任务后，成立了标准编制工作组，主要由分析检测工作人员组成，根据产品的要求，结合 ICP 法测定原理，形成了标准草案。

2020 年 4 月至 5 月，广东邦普循环科技有限公司联合清远佳致新材料研究有限公司、江西省锂电产品质量监督检验中心、湖南长远锂科股份有限公司等，收集镍锰酸锂样品用于试验。

2020 年 6 月至 10 月，广东邦普循环科技有限公司根据标准草案，制备 4 个杂质元素含量不同的梯度样品，并进行条件试验论证，得到科学合理的试验条件。11 月，标准编制工作组撰写标准文本、试验报告及标准编制说明，形成讨论稿。

2020 年 11 月 24 日~26 日全国有色金属标准化技术委员会在江苏省徐州市组织召开了行业标准《镍锰酸锂化学分析方法》的讨论会。来自国标（北京）检验认证有限公司、广东邦普循环科技有限公司、浙江华友钴业股份有限公司、北矿检测技术有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、天齐锂业股份有限公司、广东佳纳能源科技有限公司、湖南长远锂科股份有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、北京当升材料科技股份有限公司、天津国安盟固利新材料科技股份有限公司等单位的 30 余位专家对《镍锰酸锂化学分析方法 第 6 部分：钾、钠、钙、铁、铜、铬、镉、铅、硅含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》的标准讨论稿和编制说明进行了仔细、认真的讨论，并提出了修改意见和建议。

2020 年 12 月下旬~2021 年 2 月底，本编制组将修改后的标准讨论稿、试验报告连同统一样品寄给 18 家验证单位，开展验证试验。2021 年 4 月共收到 18 家验证单位发来的验证报告和反馈意见，对精密度试验数据进行汇总、统计和分析，完善标准征求意见稿和编制说明，形成征求意见稿。

3、征求意见阶段

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《镍锰酸锂化学分析方法 第 6 部分：钾、钠、钙、铁、铜、铬、镉、铅、硅含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》标准征求意见稿进行意见征询，形成了标准预审稿。

2021 年 4 月 21 日-22 日，全国有色金属标准化技术委员会在贵州贵阳市召开了有色金属标准工作会议，来自广东邦普循环科技有限公司、浙江华友钴业股份有限公司、天齐锂业股份有限公司、格林美股份有限公司、广东佳纳能源科技有限公司、华友新能源科技（衢州）有限公司、国标（北京）检验认证有限公司等 20 多家单位的 45 余名代表参加了工作会议，对《镍锰酸锂化学分析方法 第 6 部分：钾、钠、钙、铁、铜、铬、镉、铅、硅含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》进行了预审。会议上对标准文本表述不当的地方进行了修改，对实验不足的地方提出了补充意见，讨论了测试方法的精密度试验数据。此次会议得到各参与单位的认可，一致认为经过修改后具备审定的条件。

提出意见如下：

- 1) 各验证单位补充试验数据至 11 次；
- 2) 章节号 2 中，将“仅该注日期对应的版本适用于本文件”中的“注”字删除；
- 3) 平行试验部分改为“平行做两份试验，取其平均值”；
- 4) 章节号 8 中，试验数据公式中的字母表示在试验步骤中体现；
- 5) 章节号 10 中，删除“使用的方法（如标准中包括几个方法）”，将引导文字修改为“试验报告应包含以下几个方面内容”；

- 6) 附录 A 中, 将“资料性附录”改为“资料性”;
- 7) 删除 5.1 章节;
- 8) 章节号 8.5.2 中, 删除“一组”;
- 9) 重新确定硅、铅的谱线, 如果仍不能测定, 建议删除硅、铅测定。

2021 年 5 月~6 月, 本编制组根据预审会议中的建议对标准文本、实验方法等进行完善, 并根据预审会的专家提议, 结合硅、铅的元素谱线进行分析, 发现其受主基体锰、镍的元素谱线影响较大, 且不同测试单位间的精密度试验数据较为异常。因此, 决定采纳预审会的专家意见, 将标准的适用范围调整为钾、钠、钙、铁、铜、铬、镉含量的测定(删除铅、硅含量的测定), 标准名称更改为《镍锰酸锂化学分析方法 第 6 部分: 钾、钠、钙、铁、铜、铬、镉含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》, 并形成送审稿。

4、审查阶段

二、 标准编制原则

- 1、完全按照 GB/T 1.1—2020 的要求编写。
- 2、试验方法选择遵循测定结果准确度高、精密度高的原则, 同时考虑检测成本、便捷等问题。确保标准的制定符合科学性、先进性, 提高标准的适用性和可操作性。
- 3、满足国内锂离子电池正极材料的研究、生产和使用的需要为原则, 提高标准的适用性。

三、 确定标准主要内容的依据

3.1 测定范围的确定

本标准测定的试样为镍锰酸锂, 根据镍锰酸锂产品标准 GB/T 37202—2018 中微量金属杂质的含量规定各元素的测定范围, 见表 2。

表 2 各元素测定范围

元素	测定范围/%	元素	测定范围/%
K	0.005~0.10	Cr	0.002~0.10
Na	0.005~0.10	Cd	0.002~0.10
Ca	0.005~0.10	Pb	0.002~0.10
Fe	0.005~0.10	Si	0.005~0.10
Cu	0.005~0.10	—	—

3.2 方法的确定

镍锰酸锂中微量金属杂质的含量都较低, 目前国内外都是采用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定微量元素。用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定微量元素的文献有: 张超等用盐酸溶解试样用 ICP-AES 法测定镍矿石中镍、铝、磷、镁、钙的含量, 该方法操作简便, 检出限低, 回收率在 98 % ~ 100.5 %, 相对标准偏差均小于 1%; 何飞项等用 ICP-AES 测定红土镍矿中镉、钴、铜、镁、锰、镍、铅、锌、钙 9 种元素含量, 元素回收率在 91.4 % ~ 107.2 % 之间, RSD 在 0.15 % ~ 1.89 % 之间。用电感耦合等离子体发射光谱法测定相关样品中微量元素的标准有 YS/T 928.4-2013《镍、钴、锰三元素氢氧化物化学分析方法 第 5 部分: 铁、钙、镁、铜、锌、硅、铝、钠量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》、YS/T 1024.5—2015《磷酸铁锂化学分析方法 第 5 部分: 钙、镁、锌、铜、铅、铬、钠、铝、镍、钴、锰量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》。该方法具有操作简便, 检出限低, 相对标准偏差小等优点, 故本标准采用电感耦合等离子体发射光谱法。

3.3 方法提要的确定

根据方法的选择和试液溶解方式，确定方法提要为：试料用盐酸溶解后，于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上测定钾、钠、钙、铁、铜、铬、镉、铅、硅的激发强度，自工作曲线上查得各元素质量浓度并计算其质量分数。

3.4 试剂或材料的确定

镍锰酸锂中微量金属杂质含量均较低，分析过程中试剂中的杂质对测定干扰较大，选择优级纯试剂，实验室用水采用二级及以上纯度的水即可。根据方法提要和分析步骤，我们选择使用如下试剂盐酸 ($\rho=1.19\text{ g/mL}$)，钾、钠、钙、铁、铜、铬、镉、铅、硅单元素标准贮存溶液 ($100\text{ }\mu\text{g/mL}$)，金属镍 ($w_{\text{Ni}}\geq 99.98\%$)，金属锰 ($w_{\text{Mn}}\geq 99.98\%$)，基准碳酸锂 [$w(\text{Li}_2\text{CO}_3)\geq 99.99\%$]。

3.5 仪器的确定

根据方法选择，本标准需要使用电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

——200 nm 时光学分辨率不大于 0.007 nm；400 nm 时光学分辨率不大于 0.020 nm。

3.6 样品的确定

为保证待测的试样具有代表性，测试结果的重复性好，准确度高，试样需要均匀，根据产品标准 GB/T 37202—2018 规定的粒度为不大于 0.040 mm，考虑不合格产品的可能，确定粒度不大于 0.150 mm。为减少试样中水分对测定的干扰，需对试样进行烘干处理，确定试样分析前应在 $100\text{ }^\circ\text{C} \sim 105\text{ }^\circ\text{C}$ 下烘干 2 h，并置于干燥器中冷却至室温。

3.7 起草单位广东邦普循环科技有限公司试验报告

1、仪器条件确定及分析谱线的选择

根据仪器推荐的谱线，选择灵敏度高、受基体干扰少、相互之间无干扰的谱线。结合干扰试验，选择表 3 的谱线灵敏度高、干扰少。

表 3 推荐的分析谱线

元素	波长/nm
K	766.490
Na	589.592
Ca	393.366
Fe	238.204
Cu	327.393
Cr	283.563
Cd	214.440
Pb	283.306
Si	288.158

2、仪器条件确定

测试条件的不同，会直接影响实验的测试结果，因此，在测试之前，要确定仪器的最优测试条件。配制质量浓度为 $1.0\text{ }\mu\text{g/mL}$ 钾、钠、钙、铁、铜、铬、镉、铅、硅的标准溶液，于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上按不同激发功率、雾化气流量、辅助气流量、等离子体流量、溶液提升量、观测高度等仪器条件下测定其激发强度，选择仪器的最佳工作参数。本实验最终确定的仪器参数见表 4：

表 4 仪器工作参数

功率	雾化气流量	辅助气流量	等离子气流量	蠕动泵流速	观测高度
1300 W	0.8 L/min	0.2 L/min	15.0 L/min	1.5 mL/min	14.5 mm

3、试样溶解

本文试验了用盐酸、硝酸、硫酸溶解试样。结果表明，镍锰酸锂作为碱性氧化物，其中镍、锰为高价氧化价态，不易溶于具有氧化性的硝酸、硫酸，易溶于具有氧化还原性的盐酸中，加热能促进溶解。本实验称取 0.25 g 试样，采用 10 mL 盐酸（1+1）在加热条件下溶解试样，可完全溶解。

4、盐酸体积分数对测定的影响

由于在溶样时，使用了盐酸，本实验试验了盐酸体积分数对测定的影响。

配制含不同盐酸体积分数的质量分数为 1.0 $\mu\text{g/mL}$ 的钾、钠、钙、铁、铜、铬、镉、铅、硅标准溶液，使用 5% 盐酸介质的标准溶液，在电感耦合等离子发射光谱仪测溶液中各元素的含量，测试结果如表 5 所示。

表 5 盐酸体积分数对测定的影响

元素	2%	5%	10%	15%
K	1.01	1.03	1.04	1.04
Na	1.02	0.99	0.98	1.01
Ca	0.98	0.97	1.02	1.03
Fe	1.02	1.03	0.99	1.01
Cu	1.03	0.99	1.02	1.01
Cr	0.98	0.98	0.97	1.00
Cd	0.99	1.02	1.01	1.02
Pb	0.97	0.98	0.97	0.99
Si	1.02	1.00	1.02	1.03

从测试结果来看，盐酸体积分数基本不影响测定，根据溶样采用 10 mL 盐酸（1+1），因此推荐采用 5% 盐酸介质。由于硅标准溶液的特殊性，建议硅的标准溶液采用纯水介质。

5、基体干扰试验

根据 GB/T 37202—2018《镍锰酸锂》可知，镍锰酸锂中主要共存元素有 Ni（16%）、Mn（46%）、Li（4%），现按含量最高做基体干扰影响实验。

按表 4 配制不含基体、含镍基体（0.40 mg/mL）、含锰基体（1.15 mg/mL）、含锂基体（0.10 mg/mL）和含镍+含锰+含锂基体（0.40 mg/mL+1.15 mg/mL+0.10 mg/mL）的质量浓度分别为 0.05 $\mu\text{g/mL}$ 、0.10 $\mu\text{g/mL}$ 、0.50 $\mu\text{g/mL}$ 和 2.50 $\mu\text{g/mL}$ 的钾、钠、钙、铁、铜、铬、镉、铅、硅标准溶液，测定 Ni、Mn、Li 基体对测钾、钠、钙、铁、铜、铬、镉、铅、硅干扰情况，测定结果见表 6。

表 6 最高基体对测定的影响

单位（ $\mu\text{g/mL}$ ）

元素	理论值	不含基体	含镍基体 0.40 mg/mL	含锰基体 1.15 mg/mL	含锂基体 0.10 mg/mL	含镍锰锂基体 (0.40+1.15+1.10) mg/mL
K	0.10	0.102	0.099	0.098	0.101	0.096
Na	0.10	0.099	0.096	0.097	0.098	0.102
Ca	0.10	0.098	0.098	0.96	0.101	0.095
Fe	0.10	0.100	0.093	0.091	0.097	0.089
Cu	0.10	0.101	0.095	0.088	0.096	0.084

Cr	0.05	0.051	0.045	0.042	0.049	0.087
Cd	0.05	0.049	0.046	0.044	0.048	0.042
Pb	0.05	0.048	0.046	0.045	0.046	0.045
Si	0.10	0.099	0.101	0.096	0.097	0.098
K	0.50	0.492	0.485	0.471	0.472	0.473
Na	0.50	0.521	0.502	0.485	0.509	0.516
Ca	0.50	0.487	0.491	0.462	0.475	0.463
Fe	0.50	0.485	0.472	0.435	0.469	0.429
Cu	0.50	0.508	0.466	0.452	0.490	0.453
Cr	0.50	0.512	0.433	0.445	0.499	0.431
Cd	0.50	0.523	0.503	0.472	0.480	0.463
Pb	0.50	0.489	0.472	0.458	0.488	0.437
Si	0.50	0.477	0.494	0.505	0.503	0.512
K	2.50	2.522	2.490	2.435	2.456	2.428
Na	2.50	2.502	2.529	2.536	2.488	2.530
Ca	2.50	2.460	2.454	2.511	2.503	2.416
Fe	2.50	2.541	2.466	2.298	2.457	2.215
Cu	2.50	2.458	2.379	2.152	2.444	2.230
Cr	2.50	2.473	2.355	2.264	2.418	2.297
Cd	2.50	2.530	2.427	2.352	2.511	2.357
Pb	2.50	2.451	2.425	2.396	2.398	2.405
Si	2.50	2.549	2.510	2.534	2.516	2.499

由表 6 可知, 在最高含量的镍、锰、锂混合基体情况下对测定钠、硅无明显干扰; 对测钾、钙、铅具有微弱的负干扰, 回收率在 90%~98%, 对铁、铜、铬、镉会存在更严重的负干扰, 回收率在 84%~94%之间。

6、干扰消除

根据 GB/T 37202—2018《镍锰酸锂》可知, 产品中镍、锰、锂的含量较为固定, 采用基体匹配可行性较高。

工作曲线绘制: 移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、25.00 mL 钾、钙、铁、铜、铬、镉、铅混合标准溶液 (10 $\mu\text{g/mL}$), 分别置于一组 100 mL 的容量瓶中, 各加入 10 mL 镍溶液 (4 mg/mL)、10 mL 锰溶液 (11.3 mg/mL)、10 mL 锂溶液 (1 mg/mL)、10 mL 盐酸 (1+1), 以水稀释至刻度, 混匀。于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上, 按推荐的分析谱线测定钾、钙、铁、铜、铬、镉、铅的激发强度。以各元素的质量浓度为横坐标, 对应的激发强度 (减去系列标准溶液中“零”浓度溶液中被测元素的发射强度) 为纵坐标, 绘制钾、钙、铁、铜、铬、镉、铅的工作曲线。

以上述工作曲线测定含镍+含锰+含锂基体 (0.40 mg/mL + 1.15 mg/mL + 0.10 mg/mL) 的质量浓度分别为 0.05 $\mu\text{g/mL}$ 、0.10 $\mu\text{g/mL}$ 、0.50 $\mu\text{g/mL}$ 和 2.50 $\mu\text{g/mL}$ 的钾、钙、铁、铜、铬、镉、铅标准溶液]溶液的质量浓度, 其结果见表 7。可知, 采用基体匹配法, 钾、钙、铁、铜、铬、镉、铅的测定结果影响减小。说明采用基体匹配法对于消除干扰具有一定的作用。

表 7 基体匹配测定结果

单位 ($\mu\text{g/mL}$)

元素	理论值	测定值	理论值	测定值	理论值	测定值
K	0.10	0.098	0.50	0.482	2.50	2.542
Fe	0.10	0.096	0.50	0.490	2.50	2.431

Cu	0.10	0.097	0.50	0.484	2.50	2.450
Cr	0.05	0.046	0.50	0.478	2.50	2.511
Cd	0.05	0.047	0.50	0.492	2.50	2.473
Pb	0.05	0.046	0.50	0.456	2.50	2.355

7、直接测定与基体匹配结果对比

采用不基体匹配和进行基体匹配的两条标准曲线，平行测定 8 次待测试液中各元素的含量，计算平均值，得到结果见表 8。

表 8 基体匹配对测定结果的影响

元素	1#		2#		3#		4#	
	不匹配	匹配	不匹配	匹配	不匹配	匹配	不匹配	匹配
K	0.0035	0.0029	0.0113	0.0105	0.0486	0.0447	0.0917	0.0852
Na	0.0479	0.0454	0.0111	0.0100	0.0735	0.0706	0.0687	0.0660
Ca	0.0079	0.0081	0.0113	0.0116	0.0447	0.0457	0.0827	0.0840
Fe	0.0045	0.0048	0.0107	0.0114	0.0411	0.0443	0.0770	0.0827
Cu	0.0053	0.0060	0.0125	0.0142	0.0457	0.0522	0.0840	0.0961
Cr	0.0026	0.0029	0.0090	0.0099	0.0452	0.0504	0.0828	0.0948
Cd	0.0015	0.0019	0.0052	0.0059	0.0239	0.0267	0.0453	0.0502
Pb	0.0048	0.0047	0.0102	0.0101	0.0534	0.0535	0.0951	0.0929
Si	0.0217	0.0199	/	/	0.0579	0.0556	0.0287	0.0268

由表 8 的结果可知，钾、钠、钙、铅、硅在不基体匹配和基体匹配的情况下测定结果差异较小，表明干扰较小，甚至部分为匹配后结果比不匹配更小，与基体干扰试验结果相反。因此，可以不进行基体匹配。而铜、铁、铬、镉不进行基体匹配的结果只有基体匹配结果的 90%左右，结果与基体干扰试验一致，存在更严重的负干扰。

8、标准溶液配制、线性相关系数、检出限和测定下限

根据基体干扰试验、干扰消除试验、样品测定结果对比试验的结果，结合标准溶液的特性，本文推荐采用三条工作曲线：

1) 钠与钾混合标准溶液：0.10 $\mu\text{g/mL}$ 、0.20 $\mu\text{g/mL}$ 、0.50 $\mu\text{g/mL}$ 、1.00 $\mu\text{g/mL}$ 、2.00 $\mu\text{g/mL}$ 、3.00 $\mu\text{g/mL}$ 。不进行基体匹配。

2) 硅标准溶液：0.10 $\mu\text{g/mL}$ 、0.20 $\mu\text{g/mL}$ 、0.50 $\mu\text{g/mL}$ 、1.00 $\mu\text{g/mL}$ 、2.00 $\mu\text{g/mL}$ 、3.00 $\mu\text{g/mL}$ 。不进行基体匹配。

3) 钙、铁、铜、铬、镉、铅混合标准溶液：0.10 $\mu\text{g/mL}$ 、0.20 $\mu\text{g/mL}$ 、0.50 $\mu\text{g/mL}$ 、1.00 $\mu\text{g/mL}$ 、2.00 $\mu\text{g/mL}$ 、3.00 $\mu\text{g/mL}$ 。进行基体匹配。

调节仪器至最佳工作条件，配置对应的标准溶液，绘制工作曲线，记录线性相关系数 R^2 值。连续十次测定空白溶液的质量浓度值，根据 10 次试剂空白实验结果，以 3 倍的标准偏差作为元素的检出限，以 10 倍的标准偏差作为方法的测定下限，并按称样量 0.25 g，定容 100 mL 将测定下限换算成质量分数。各元素线性相关系数、检出限和测定下限见表 9，可知线性相关系数、检测限和测定下限满足本方法的测定。

表 9 方法的线性相关系数、检测限和测定下限 ($n=10$)

元素	分析谱线	线性系数 R^2	检测限 ($\mu\text{g/mL}$)	测定下限 ($\mu\text{g/mL}$)	测定下限/%
K	766.490	0.9996	0.0281	0.0843	0.0034

Na	589.592	0.9998	0.0055	0.0165	0.0007
Ca	393.366	0.9996	0.0017	0.0051	0.0002
Fe	238.204	0.9998	0.0022	0.0066	0.0003
Cu	327.393	0.9997	0.0032	0.0096	0.0004
Cr	283.563	0.9998	0.0056	0.0168	0.0007
Cd	214.440	0.9998	0.0048	0.0144	0.0006
Pb	283.306	0.9992	0.0187	0.0561	0.0023
Si	288.158	0.9998	0.0180	0.0540	0.0022

9、精密度的测试

按照标准文本的步骤，对 1#~5#样品进行精密度试验，结果见下表。

表 10 1#精密度实验

编号	结果/%											均值 /%	RSD/%
K	0.0038	0.0032	0.0031	0.0036	0.0035	0.0030	0.0033	0.0034	0.0035	0.0032	0.0034	0.0034	6.62
Na	0.0483	0.0493	0.0494	0.0488	0.0465	0.0476	0.0469	0.0466	0.0479	0.0482	0.0471	0.0479	2.05
Ca	0.0085	0.0083	0.0087	0.0083	0.0078	0.0079	0.0076	0.0078	0.0082	0.0076	0.0080	0.0081	4.30
Fe	0.0051	0.0048	0.0047	0.0048	0.0047	0.0048	0.0046	0.0048	0.0050	0.0048	0.0047	0.0048	2.81
Cu	0.0061	0.0061	0.0060	0.0060	0.0059	0.0061	0.0058	0.0060	0.0058	0.0059	0.0059	0.0060	1.79
Cr	0.0029	0.0029	0.0029	0.0031	0.0029	0.0029	0.0029	0.0030	0.0030	0.0031	0.0028	0.0029	3.02
Cd	0.0019	0.0020	0.0019	0.0020	0.0019	0.0019	0.0019	0.0020	0.0018	0.0018	0.0019	0.0019	3.50
Pb	0.0046	0.0048	0.0047	0.0047	0.0047	0.0048	0.0048	0.0046	0.0047	0.0048	0.0049	0.0047	1.86
Si	0.0232	0.0211	0.0228	0.0196	0.0220	0.0205	0.0200	0.0226	0.0207	0.0219	0.0224	0.0215	5.36

表 11 2#精密度实验

编号	结果/%											均值 /%	RSD/%
K	0.0116	0.0123	0.0120	0.0117	0.0116	0.0117	0.0121	0.0119	0.0122	0.0118	0.0119	0.0119	1.91
Na	0.0107	0.0107	0.0106	0.0115	0.0111	0.0111	0.0116	0.0108	0.0109	0.0112	0.0108	0.0110	2.87
Ca	0.0113	0.0118	0.0116	0.0117	0.0117	0.0117	0.0114	0.0112	0.0115	0.0116	0.0115	0.0116	1.43
Fe	0.0114	0.0115	0.0114	0.0115	0.0115	0.0115	0.0113	0.0112	0.0114	0.0114	0.0116	0.0114	0.97
Cu	0.0142	0.0144	0.0143	0.0142	0.0141	0.0143	0.0140	0.0140	0.0141	0.0141	0.0143	0.0142	0.89
Cr	0.0101	0.0099	0.0101	0.0097	0.0099	0.0094	0.0098	0.0103	0.0098	0.0098	0.0102	0.0099	2.45
Cd	0.0059	0.0061	0.0060	0.0060	0.0059	0.0060	0.0058	0.0059	0.0061	0.0061	0.0059	0.0060	1.61
Pb	0.0104	0.0102	0.0099	0.0096	0.0101	0.0098	0.0102	0.0103	0.0100	0.0102	0.0101	0.0101	2.20
Si	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/

表 12 3#精密度实验

编号	结果/%											均值 /%	RSD/%
K	0.0445	0.0444	0.0446	0.0454	0.0440	0.0463	0.0446	0.0446	0.0451	0.0455	0.0442	0.0448	1.43
Na	0.0717	0.0721	0.0785	0.0767	0.0712	0.0708	0.0741	0.0722	0.0745	0.0736	0.0728	0.0735	3.09
Ca	0.0452	0.0458	0.0471	0.0469	0.0450	0.0454	0.0453	0.0452	0.0461	0.0455	0.0463	0.0458	1.49

Fe	0.0436	0.0437	0.0462	0.0460	0.0430	0.0430	0.0428	0.0436	0.0453	0.0444	0.0459	0.0443	2.81
Cu	0.0523	0.0526	0.0525	0.0530	0.0523	0.0516	0.0518	0.0519	0.0533	0.0524	0.0518	0.0523	0.96
Cr	0.0486	0.0507	0.0496	0.0495	0.0516	0.0488	0.0509	0.0533	0.0522	0.0501	0.0499	0.0505	2.74
Cd	0.0266	0.0266	0.0266	0.0273	0.0267	0.0266	0.0264	0.0266	0.0260	0.0271	0.0269	0.0267	1.23
Pb	0.0526	0.0543	0.0538	0.0542	0.0544	0.0533	0.0515	0.0538	0.0536	0.0541	0.0525	0.0535	1.63
Si	0.0589	0.0583	0.0598	0.0558	0.0631	0.0672	0.0650	0.0607	0.0578	0.0618	0.0620	0.0610	5.26

表 13 4#精密度实验

编号	结果/%											均值 /%	RSD/%
K	0.0845	0.0864	0.0853	0.0855	0.0848	0.0857	0.0865	0.0854	0.0849	0.0860	0.0838	0.0853	0.91
Na	0.0676	0.0659	0.0655	0.0712	0.0668	0.0670	0.0658	0.0718	0.0691	0.0675	0.0686	0.0679	2.96
Ca	0.0840	0.0848	0.0835	0.0844	0.0855	0.0834	0.0820	0.0842	0.0851	0.0844	0.0836	0.0841	1.09
Fe	0.0832	0.0837	0.0830	0.0821	0.0837	0.0821	0.0819	0.0821	0.0816	0.0824	0.0842	0.0827	1.00
Cu	0.0968	0.0977	0.0962	0.0967	0.0962	0.0956	0.0945	0.0953	0.0968	0.0965	0.0951	0.0961	0.92
Cr	0.0973	0.0950	0.0939	0.0935	0.0941	0.0948	0.0969	0.0930	0.0944	0.0960	0.0948	0.0949	1.37
Cd	0.0502	0.0506	0.0510	0.0504	0.0501	0.0496	0.0497	0.0498	0.0501	0.0495	0.0505	0.0501	0.89
Pb	0.0912	0.0936	0.0966	0.0932	0.0917	0.0940	0.0918	0.0904	0.0953	0.0927	0.0945	0.0933	1.91
Si	0.0259	0.0288	0.0296	0.0266	0.0258	0.0290	0.0278	0.0279	0.0283	0.0269	0.0285	0.0277	4.38

表 14 5#精密度实验

编号	结果/%											均值 /%	RSD/%
Cd	0.0846	0.0876	0.0839	0.0857	0.0890	0.0896	0.0874	0.0878	0.0883	0.0865	0.0851	0.0869	2.03

10、加标回收实验

选择 1#和 3#两个样品进行加标回收率试验，验证测定结果的准确性。为确保加标后试液浓度线性范围内，测定 2#样品时将工作曲线增加一个质量浓度点，为 4.00 $\mu\text{g/mL}$ ，加标回收结果见下表。

表 15 加标回收率

样品编号	元素	样品含量/ μg	加标量/ μg	实测值/ μg	回收率/%
1#	K	8.54	5.00	13.76	104.3
		8.63	10.00	19.19	105.6
	Na	120.37	50.00	169.41	98.1
		121.52	100.00	225.44	103.9
	Ca	20.36	20.00	40.15	98.9
		20.55	40.00	61.76	103.0
	Fe	12.06	10.00	22.89	108.3
		12.18	20.00	32.38	101.0
	Cu	15.08	10.00	24.67	95.9
		15.22	20.00	35.46	101.2
	Cr	7.29	5.00	12.36	101.5
		7.36	10.00	17.73	103.7
	Cd	4.77	5.00	9.97	103.9
		4.82	10.00	14.65	98.3

3#	Pb	11.81	10.00	21.40	95.9
		11.92	20.00	31.80	99.4
	Si	54.03	50.00	107.9	107.7
		54.55	100.00	158.99	104.5
	K	114.78	100.00	211.52	96.7
		114.28	200.00	316.86	101.3
	Na	188.31	100.00	296.46	108.2
		187.50	200.00	394.54	103.5
	Ca	117.34	100.00	214.36	97.0
		116.84	200.00	306.55	94.9
	Fe	113.50	100.00	209.85	96.4
		113.01	200.00	319.78	103.4
	Cu	133.99	100.00	240.70	106.8
		133.42	200.00	337.21	101.9
	Cr	129.38	100.00	237.22	107.8
		128.83	200.00	335.44	103.3
	Cd	68.41	50.00	115.58	94.3
		68.11	100.00	163.50	95.4
	Pb	137.07	100.00	233.93	96.9
		136.48	200.00	321.79	92.7
Si	156.28	100.00	263.31	107.0	
	155.61	200.00	374.11	109.2	

11、结论

采用盐酸溶解试样，在电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，采用不进行基体匹配的钾、钠、硅标准溶液，以及进行基体匹配的钙、铁、铜、铬、镉、铅标准溶液，以工作曲线法测定各元素的含量，其精密度 RSD 不大于 6.62%，加标回收率在 92.7%~109.2%之间，能满足镍锰酸锂产品的测定要求。推荐为有色金属行业标准。

3.8 国合通用（青岛）测试评价有限公司验证报告

3.8.1 基体干扰试验

表 16 最高基体对测定的影响

元素	理论值	不含基体	单位 (µg/mL)			
			含镍基体 0.40 mg/mL	含锰基体 1.15 mg/mL	含锂基体 0.10 mg/mL	含镍锰锂基体 (0.40+1.15+1.10) mg/mL
K	0.1	0.1002	0.0976	0.0866	0.0948	0.0913
Na	0.1	0.1037	0.0937	0.1174	0.0942	0.1084
Ca	0.1	0.0968	0.1163	0.1210	0.1034	0.1099
Fe	0.1	0.1015	0.0967	0.1015	0.0941	0.1106
Cu	0.1	0.0976	0.1021	0.1195	0.0908	0.1141
Cr	0.1	0.1034	0.0979	0.0929	0.0954	0.1217
Cd	0.1	0.1096	0.0927	0.0917	0.0908	0.0923
Pb(283.306)	0.1	0.1015	0.0985	0.0838	0.1118	0.0838

Pb(182.143)	0.1	0.0987	0.0954	0.0921	0.0963	0.0942
Si(288.158)	0.1	0.1041	0.1125	0.0928	0.1059	1.0701
Si(185.005)	0.1	0.0968	0.1125	0.0918	0.1059	0.0881
K	0.5	0.4936	0.4870	0.4537	0.4910	0.4864
Na	0.5	0.5278	0.4856	0.5990	0.4951	0.4878
Ca	0.5	0.4885	0.4869	0.5133	0.4625	0.5378
Fe	0.5	0.4947	0.4656	0.4559	0.4469	0.4961
Cu	0.5	0.4892	0.4687	0.5507	0.4409	0.5012
Cr	0.5	0.4909	0.4501	0.5130	0.4336	0.5028
Cd	0.5	0.5021	0.4562	0.4109	0.4434	0.4597
Pb(283.306)	0.5	0.4730	0.4372	0.4536	0.4548	0.4698
Pb(182.143)	0.5	0.4921	0.4835	0.4677	0.4823	0.4636
Si(288.158)	0.5	0.4898	0.4987	0.4876	0.4921	0.4885
Si(185.005)	0.5	0.4918	0.5030	0.4687	0.4825	0.4741
K	2.0	2.1023	1.9765	1.8945	1.9467	1.9045
Na	2.0	2.0936	1.9813	2.0267	2.0253	1.8743
Ca	2.0	2.0453	2.0504	1.9613	1.9414	1.9874
Fe	2.0	2.1123	1.9800	1.8614	1.8962	1.8932
Cu	2.0	2.0328	2.0045	2.1112	1.8796	1.9078
Cr	2.0	2.1875	1.9610	1.5505	1.8882	1.8759
Cd	2.0	2.0675	1.9856	1.8295	1.8893	1.8232
Pb(283.306)	2.0	2.0237	1.8621	1.8206	1.8558	1.8299
Pb(182.143)	2.0	1.9784	1.8934	1.8321	1.9285	1.8027
Si(288.158)	2.0	2.0789	1.9243	1.8589	1.9761	1.8765
Si(185.005)	2.0	1.9763	2.0371	1.8511	1.9648	1.8442

3.8.2 直接测定与基体匹配测定结果对比

采用不基体匹配和进行基体匹配的两条标准曲线，分别测定待测试液中各元素的含量，计算平均值，得到结果见表 17。

表 17 基体匹配对测定结果的影响

元素	1#		2#		3#		4#	
	不匹配	匹配	不匹配	匹配	不匹配	匹配	不匹配	匹配
K	0.0033	0.0034	0.0114	0.0108	0.0470	0.0480	0.0865	0.0888
Na	0.0482	0.0486	0.0111	0.0089	0.0747	0.0735	0.0674	0.0648
Ca	0.0081	0.0086	0.0098	0.0112	0.0442	0.0466	0.0833	0.0861
Fe	0.0047	0.0049	0.0128	0.0119	0.0446	0.0479	0.0900	0.0917
Cu	0.0054	0.0050	0.0130	0.0130	0.0478	0.0497	0.0917	0.0946
Cr	0.0047	0.0031	0.0114	0.0103	0.0490	0.0504	0.0918	0.0955
Cd	0.0018	0.0021	0.0056	0.0062	0.0246	0.0272	0.0483	0.0527
Pb(283.306)	<0.002	<0.002	0.0053	0.0060	0.0550	0.0476	0.1038	0.0938
Pb(182.143)	<0.002	<0.002	0.0046	0.0050	0.0468	0.0491	0.0923	0.1003
Si(288.158)	0.0084	/	0.0064	/	0.0372	/	0.0129	/
Si(185.005)	0.0076	0.0082	0.0053	0.0056	0.0356	0.0362	0.0137	0.0141

3.8.3 精密度的测试

按照标准文本的步骤，对 1#~5#样品进行精密度试验，结果见下表。

表 18 1#精密度实验

编号	结果/%											均值 /%	RSD/%
K	0.0035	0.0032	0.0034	0.0036	0.0035	0.0030	0.0032	0.0033	0.0034	0.0035	0.0032	0.0033	5.407
Na	0.0469	0.0469	0.0481	0.0488	0.0486	0.0487	0.0463	0.0487	0.0491	0.0488	0.0489	0.0482	2.040
Ca	0.0085	0.0092	0.0090	0.0089	0.0076	0.0090	0.0086	0.0085	0.0087	0.0083	0.0083	0.0086	5.070
Fe	0.0050	0.0053	0.0047	0.0048	0.0053	0.0049	0.0046	0.0049	0.0050	0.0047	0.0048	0.0049	4.520
Cu	0.0053	0.0049	0.0047	0.0050	0.0057	0.0052	0.0050	0.0050	0.0048	0.0048	0.0050	0.0050	5.291
Cr	0.0030	0.0029	0.0032	0.0032	0.0030	0.0031	0.0033	0.0032	0.0030	0.0032	0.0032	0.0031	3.848
Cd	0.0021	0.0020	0.0019	0.0020	0.0023	0.0021	0.0021	0.0021	0.0020	0.0020	0.0022	0.0021	5.329
Pb(283.306)	<	<	<	<	<	<	<	<	<	<	<	<	/
	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	/
Pb(182.143)	<	<	<	<	<	<	<	<	<	<	<	<	/
	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	/
Si(288.158)	0.0082	0.0085	0.0078	0.0085	0.0076	0.0086	0.0087	0.0085	0.0087	0.0087	0.0083	0.0084	4.440
Si(185.005)	0.0078	0.0085	0.0084	0.0079	0.0081	0.0082	0.0077	0.0085	0.0082	0.0085	0.0084	0.0082	3.576

表 19 2#精密度实验

编号	结果/%											均值 /%	RSD/%
K	0.0117	0.0112	0.0116	0.0120	0.0114	0.0117	0.0110	0.0118	0.0111	0.0107	0.0113	0.0114	3.41
Na	0.0113	0.0117	0.0106	0.0108	0.0119	0.0109	0.0114	0.0119	0.0109	0.0102	0.0102	0.0111	5.47
Ca	0.0112	0.0116	0.0119	0.0107	0.0107	0.0113	0.0114	0.0109	0.0112	0.0117	0.0104	0.0112	4.16
Fe	0.0121	0.0121	0.0115	0.0122	0.0117	0.0115	0.0119	0.0118	0.0118	0.0117	0.0121	0.0119	2.04
Cu	0.0127	0.0130	0.0133	0.0131	0.0128	0.0129	0.0127	0.0133	0.0129	0.0129	0.0132	0.0130	1.63
Cr	0.0102	0.0103	0.0105	0.0104	0.0104	0.0102	0.0102	0.0104	0.0103	0.0105	0.0102	0.0103	1.23
Cd	0.0061	0.0062	0.0063	0.0064	0.0062	0.0060	0.006	0.0062	0.006	0.0061	0.0063	0.0062	2.13
Pb(283.306)	0.0061	0.0059	0.0063	0.0057	0.0061	0.0061	0.0063	0.0057	0.0053	0.0062	0.0062	0.0060	5.20
Pb(182.143)	0.0048	0.0059	0.0047	0.0048	0.0052	0.0050	0.0043	0.0049	0.0047	0.0054	0.0051	0.0050	8.46
Si(288.158)	0.0063	0.0071	0.0058	0.0061	0.0071	0.0059	0.0056	0.0066	0.0064	0.0069	0.0067	0.0064	8.12
Si(185.005)	0.0053	0.0053	0.0057	0.0061	0.0058	0.0054	0.0056	0.0052	0.0053	0.0054	0.0060	0.0056	5.54

表 20 3#精密度实验

编号	结果/%											均值 /%	RSD/%
K	0.0470	0.0478	0.0477	0.0470	0.0453	0.0497	0.0472	0.0470	0.0452	0.0450	0.0478	0.0470	2.93
Na	0.0739	0.0741	0.0775	0.0765	0.0729	0.0725	0.0738	0.0747	0.0729	0.0760	0.0771	0.0747	2.37
Ca	0.0464	0.0472	0.0474	0.0471	0.0463	0.0451	0.0466	0.0470	0.0471	0.0459	0.0463	0.0466	1.48
Fe	0.0482	0.0471	0.0482	0.0469	0.0478	0.0478	0.0489	0.0480	0.0469	0.0482	0.0485	0.0479	1.34
Cu	0.0490	0.0491	0.0490	0.0483	0.0490	0.0519	0.0495	0.0484	0.0501	0.0506	0.0519	0.0497	2.53

Cr	0.0508	0.0511	0.0508	0.0496	0.0505	0.0494	0.0503	0.0512	0.0504	0.0493	0.0512	0.0504	1.39
Cd	0.0273	0.0275	0.0274	0.0270	0.0271	0.0265	0.0273	0.0275	0.0272	0.0267	0.0273	0.0272	1.19
Pb(283.306)	0.0485	0.0453	0.0465	0.0495	0.0488	0.0490	0.0489	0.0465	0.0479	0.0454	0.0476	0.0476	3.12
Pb(182.143)	0.0523	0.0495	0.0487	0.0505	0.0478	0.0487	0.0489	0.0486	0.0464	0.0479	0.0512	0.0491	3.39
Si(288.158)	0.0358	0.0368	0.0345	0.0376	0.0370	0.0375	0.0410	0.0398	0.0384	0.0345	0.0365	0.0372	5.38
Si(185.005)	0.0357	0.0363	0.0365	0.0358	0.0351	0.0372	0.0367	0.0361	0.0375	0.0351	0.0360	0.0362	2.13

表 21 4#精密度实验

编号	结果/%											均值 /%	RSD/%
K	0.0876	0.0864	0.0868	0.0869	0.0868	0.0857	0.0853	0.0863	0.0857	0.0869	0.0870	0.0865	0.80
Na	0.0678	0.0689	0.0664	0.0680	0.0668	0.0695	0.0661	0.0665	0.0672	0.0681	0.0665	0.0674	1.66
Ca	0.0862	0.0853	0.0872	0.0876	0.0894	0.0853	0.0859	0.0843	0.0862	0.0847	0.0851	0.0861	1.73
Fe	0.0931	0.0936	0.0917	0.0903	0.0915	0.0921	0.0910	0.0908	0.0911	0.0913	0.0925	0.0917	1.11
Cu	0.0932	0.0937	0.0925	0.0918	0.0947	0.0957	0.0967	0.0956	0.0959	0.0948	0.0964	0.0946	1.72
Cr	0.0944	0.0964	0.0955	0.0963	0.0979	0.0938	0.0949	0.0959	0.0933	0.0963	0.0958	0.0955	1.38
Cd	0.0527	0.0529	0.0516	0.0520	0.0537	0.0538	0.0531	0.0528	0.0519	0.0527	0.0523	0.0527	1.34
Pb(283.306)	0.0927	0.0948	0.0932	0.0938	0.0947	0.0947	0.0938	0.0954	0.0937	0.0927	0.0919	0.0938	1.15
Pb(182.143)	0.1083	0.0958	0.0976	0.1021	0.0996	0.0998	0.0979	0.0958	0.1024	0.1006	0.1032	0.1003	3.66
Si(288.158)	0.0126	0.0128	0.013	0.0132	0.0126	0.0137	0.013	0.0126	0.0128	0.0129	0.0128	0.0129	2.51
Si(185.005)	0.0139	0.0141	0.0145	0.0138	0.0142	0.0143	0.0140	0.0136	0.0138	0.0143	0.0141	0.0141	1.89

表 22 5#精密度实验

编号	结果/%											均值 /%	RSD/%
Cd	0.0902	0.0909	0.0914	0.0897	0.0907	0.0910	0.0908	0.0898	0.091	0.0906	0.0897	0.0905	0.65

注 1、钾、钠、硅（288.158）使用未基体匹配的标线分析；其他元素使用基体匹配的标线分析。其中，硅（288.158）使用基体匹配的方法空白溶液，其余均按照草案使用不含基体的方法空白溶液。

注 2、Pb（283.306）使用 PE avio200 测定，其余均使用 Agilent 5110 测定。

注 3、1#~4#四个样品的 Si、Pb 测试含量与实验报告中的结果差异较大。

加标回收实验：

选择 1#和 3#两个样品进行加标回收率试验，验证测定结果的准确性。加标回收结果见下表。

表 23 加标回收率

样品 编号	元素	样品含量/ μg	加标量/ μg	实测值/ μg	回收率/%
1#	K	8.81	10	18.64	98.3
		8.63	20	28.29	98.3
	Na	118.66	50	166.96	96.7
		123.68	100	220.69	97.0
	Ca	22.84	10	32.69	98.5
		23.80	20	44.30	102.5
	Fe	13.24	10	22.91	96.7

	13.80	20	35.03	106.2
Cu	12.87	10	23.03	101.6
	14.42	20	34.61	101.0
Cr	8.28	10	18.78	105.0
	8.63	20	28.53	99.5
Cd	5.20	10	15.56	103.6
	5.42	20	26.60	105.9
Pb(283.306)	0.00	50	49.98	100.0
	0.00	100	104.84	104.8
Pb(182.143)	0.000	50	49.71	99.4
	0.000	100	99.01	99.0
Si(288.158)	17.93	50	67.55	99.2
	18.54	100	117.82	99.3
Si(185.005)	19.62	50	70.80	102.4
	18.77	100	119.34	100.6
K	121.42	100	214.78	93.4
	114.28	200	310.46	98.1
Na	193.16	100	291.46	98.3
	181.8	200	379.54	98.9
Ca	131.06	100	224.51	93.4
	127.28	200	325.44	99.1
Fe	125.17	100	220.41	95.2
	121.55	200	320.11	99.3
Cu	127.23	100	223.74	96.5
	123.56	200	325.23	100.8
Cr	130.59	100	223.66	93.1
	126.82	200	319.81	96.5
Cd	70.24	100	169.98	99.7
	68.21	200	271.38	101.6
Pb(283.306)	115.38	100	211.42	96.0
	110.79	200	306.53	97.9
Pb(182.143)	120.37	100	215.92	97.4
	117.87	200	318.47	100.4
Si(288.158)	90.28	100	186.56	96.3
	98.15	200	300.18	101.0
Si(185.005)	95.46	100	198.3	102.8
	89.37	200	284.11	97.4

3#

3.9 天津国安盟固利新材料科技股份有限公司验证报告

表 24 1#样品测定结果

元素	测定值/%											平均值/%	RSD/%
K	0.0037	0.0031	0.0030	0.0035	0.0034	0.0029	0.0032	0.0033	0.0034	0.0031	0.0033	0.0033	6.9457
Na	0.0473	0.0483	0.0484	0.0478	0.0456	0.0466	0.0460	0.0457	0.0469	0.0472	0.0462	0.0470	2.1525
Ca	0.0083	0.0081	0.0085	0.0081	0.0076	0.0077	0.0074	0.0076	0.0080	0.0074	0.0078	0.0080	4.4877
Fe	0.0050	0.0047	0.0046	0.0047	0.0046	0.0047	0.0045	0.0047	0.0049	0.0047	0.0046	0.0047	2.9540
Cu	0.0060	0.0060	0.0059	0.0059	0.0058	0.0060	0.0057	0.0059	0.0057	0.0058	0.0058	0.0059	1.8668
Cr	0.0028	0.0028	0.0028	0.0030	0.0028	0.0028	0.0028	0.0029	0.0029	0.0030	0.0027	0.0029	3.1803
Cd	0.0019	0.0020	0.0019	0.0020	0.0019	0.0019	0.0019	0.0020	0.0018	0.0018	0.0019	0.0019	3.6163

表 25 2#样品测定结果

元素	测定值/%											平均值/%	RSD/%
K	0.0113	0.0119	0.0116	0.0113	0.0113	0.0113	0.0117	0.0115	0.0118	0.0114	0.0115	0.0115	2.0110
Na	0.0104	0.0104	0.0103	0.0112	0.0108	0.0108	0.0113	0.0105	0.0106	0.0109	0.0105	0.0107	3.0117
Ca	0.0110	0.0114	0.0113	0.0113	0.0113	0.0113	0.0111	0.0109	0.0112	0.0113	0.0112	0.0112	1.6134
Fe	0.0111	0.0112	0.0111	0.0112	0.0112	0.0112	0.0110	0.0109	0.0111	0.0111	0.0113	0.0111	0.9671
Cu	0.0138	0.0140	0.0139	0.0138	0.0137	0.0139	0.0136	0.0136	0.0137	0.0137	0.0139	0.0138	0.9360
Cr	0.0098	0.0096	0.0098	0.0094	0.0096	0.0091	0.0095	0.0100	0.0095	0.0095	0.0099	0.0096	2.5735
Cd	0.0057	0.0059	0.0058	0.0058	0.0057	0.0058	0.0056	0.0057	0.0059	0.0059	0.0057	0.0058	1.6959

表 26 3#样品测定结果

元素	测定值/%											平均值/%	RSD/%
K	0.0458	0.0457	0.0459	0.0468	0.0453	0.0477	0.0459	0.0459	0.0465	0.0469	0.0455	0.0461	1.5049
Na	0.0739	0.0743	0.0809	0.0790	0.0733	0.0729	0.0763	0.0744	0.0767	0.0758	0.0750	0.0756	3.2396
Ca	0.0466	0.0472	0.0485	0.0483	0.0464	0.0468	0.0467	0.0466	0.0475	0.0469	0.0477	0.0471	1.5614
Fe	0.0449	0.0450	0.0476	0.0474	0.0443	0.0443	0.0441	0.0449	0.0467	0.0457	0.0473	0.0453	2.9673
Cu	0.0539	0.0542	0.0541	0.0546	0.0539	0.0531	0.0534	0.0535	0.0549	0.0540	0.0534	0.0538	1.0084
Cr	0.0501	0.0522	0.0511	0.0510	0.0531	0.0503	0.0524	0.0549	0.0538	0.0516	0.0514	0.0519	2.8741
Cd	0.0274	0.0274	0.0274	0.0281	0.0275	0.0274	0.0272	0.0274	0.0268	0.0279	0.0277	0.0275	1.2888

表 27 4#样品测定结果

元素	测定值/%											平均值/%	RSD/%
K	0.0862	0.0881	0.0870	0.0872	0.0865	0.0874	0.0882	0.0871	0.0866	0.0877	0.0855	0.0872	0.9520
Na	0.0690	0.0672	0.0668	0.0726	0.0681	0.0683	0.0671	0.0732	0.0705	0.0689	0.0700	0.0691	3.1149
Ca	0.0857	0.0865	0.0852	0.0861	0.0872	0.0851	0.0836	0.0859	0.0868	0.0861	0.0853	0.0857	1.1395
Fe	0.0849	0.0854	0.0847	0.0837	0.0854	0.0837	0.0835	0.0837	0.0832	0.0840	0.0859	0.0844	1.0540
Cu	0.0987	0.0997	0.0981	0.0986	0.0981	0.0975	0.0964	0.0972	0.0987	0.0984	0.0970	0.0980	0.9604
Cr	0.0992	0.0969	0.0958	0.0954	0.0960	0.0967	0.0988	0.0949	0.0963	0.0979	0.0967	0.0967	1.4329
Cd	0.0512	0.0516	0.0520	0.0514	0.0511	0.0506	0.0507	0.0508	0.0511	0.0505	0.0515	0.0512	0.9274

表 28 5#样品测定结果

元素	测定值/%											平均值/%	RSD/%
Cd	0.0863	0.0894	0.0856	0.0874	0.0908	0.0914	0.0891	0.0896	0.0901	0.0882	0.0868	0.0887	2.1308

3.10 金川集团股份有限公司验证报告

表 29 1#样品测定结果

元素	测定值/%											平均值/%	RSD/%
K	0.0039	0.0036	0.0036	0.0038	0.0035	0.0042	0.004	0.0043	0.0037	0.0038	0.0037	0.0038	6.8286
Na	0.0495	0.0486	0.0495	0.0506	0.0501	0.0489	0.0494	0.0482	0.0494	0.0494	0.0493	0.0493	1.3496
Ca	0.0084	0.0083	0.0084	0.0081	0.0085	0.0085	0.008	0.008	0.0079	0.0081	0.0089	0.0083	3.7368
Fe	0.0047	0.0047	0.0046	0.0047	0.0044	0.0046	0.0046	0.0047	0.0046	0.0043	0.0047	0.0046	2.8167
Cu	0.0054	0.0054	0.0052	0.0053	0.0054	0.0052	0.0054	0.0054	0.0055	0.0055	0.0053	0.0054	2.1351
Cr	0.0031	0.0031	0.0031	0.0029	0.0028	0.0029	0.0031	0.0031	0.003	0.0029	0.003	0.003	3.4685
Cd	0.002	0.0019	0.0019	0.0019	0.0019	0.0019	0.002	0.0019	0.0019	0.002	0.0019	0.0019	2.5073
Pb	0.0046	0.005	0.0047	0.0048	0.005	0.0047	0.0048	0.0051	0.0049	0.0048	0.005	0.0048	3.4743
Si	0.0237	0.0224	0.0238	0.0236	0.0235	0.023	0.0217	0.0213	0.0223	0.0218	0.0222	0.0227	3.962

表 30 2#样品测定结果

元素	测定值/%											平均值/%	RSD/%
K	0.0128	0.0129	0.0128	0.0122	0.0129	0.0115	0.0127	0.0126	0.0129	0.0121	0.0121	0.0125	3.8076
Na	0.0137	0.0139	0.0135	0.0135	0.0135	0.0134	0.0133	0.0135	0.013	0.0129	0.0124	0.0133	3.0832
Ca	0.0118	0.0118	0.0117	0.0119	0.0119	0.0119	0.0122	0.0121	0.0122	0.0118	0.0127	0.012	2.3545
Fe	0.0116	0.0116	0.0116	0.0115	0.0117	0.0118	0.0118	0.0116	0.0116	0.0117	0.0115	0.0116	0.8736
Cu	0.0129	0.0129	0.013	0.0131	0.0128	0.0131	0.0128	0.0129	0.0131	0.0129	0.013	0.013	0.82
Cr	0.0096	0.0096	0.0097	0.0095	0.0098	0.0098	0.0098	0.0097	0.0096	0.0098	0.0096	0.0097	1.1936
Cd	0.0057	0.0056	0.0057	0.0056	0.0058	0.0059	0.0058	0.0058	0.0058	0.0058	0.0058	0.0058	1.3509
Pb	0.0095	0.0095	0.0094	0.0092	0.0096	0.0096	0.0097	0.0092	0.0092	0.0096	0.0096	0.0095	2.0137

表 31 3#样品测定结果

元素	测定值/%											平均值/%	RSD/%
K	0.0483	0.0484	0.0496	0.0485	0.0471	0.0469	0.0485	0.0487	0.0494	0.047	0.0478	0.0482	1.92
Na	0.0735	0.0725	0.0734	0.0731	0.0723	0.0728	0.0719	0.0712	0.0709	0.0711	0.0702	0.0721	1.5258
Ca	0.0458	0.0458	0.0457	0.0468	0.047	0.0468	0.0468	0.0463	0.0463	0.0462	0.0466	0.0464	1.0057
Fe	0.0449	0.0447	0.0449	0.0451	0.0453	0.0452	0.0455	0.046	0.0456	0.0447	0.0448	0.0452	0.9153
Cu	0.0494	0.0492	0.0491	0.0482	0.0492	0.048	0.0497	0.0493	0.0492	0.0485	0.0485	0.0489	1.0876
Cr	0.0479	0.0478	0.048	0.0471	0.0483	0.0484	0.0484	0.0482	0.0477	0.0472	0.0477	0.0479	0.9451
Cd	0.0267	0.0263	0.0255	0.0255	0.0256	0.0257	0.0256	0.0255	0.0255	0.0256	0.0255	0.0257	1.5781

Pb	0.0562	0.0572	0.0567	0.0545	0.0574	0.0604	0.0614	0.0589	0.0602	0.0608	0.0583	0.0583	3.7581
Si	0.0508	0.0508	0.0499	0.0509	0.0508	0.05	0.05	0.0508	0.0499	0.0497	0.0517	0.0505	1.228

表 32 4#样品测定结果

元素	测定值/%											平均值/%	RSD/%
K	0.0935	0.0891	0.0896	0.0898	0.0893	0.0892	0.0904	0.0882	0.0881	0.088	0.088	0.0894	1.7767
Na	0.0691	0.0726	0.0723	0.0689	0.0691	0.0703	0.0691	0.071	0.0709	0.0729	0.0727	0.0708	2.2835
Ca	0.0855	0.0858	0.0852	0.0857	0.0843	0.0844	0.0877	0.0848	0.0844	0.084	0.0853	0.0852	1.221
Fe	0.0863	0.0867	0.0858	0.0864	0.0856	0.0857	0.0854	0.0857	0.0855	0.0891	0.0859	0.0862	1.2124
Cu	0.0877	0.0915	0.0908	0.0916	0.0908	0.0908	0.0905	0.0911	0.0903	0.0897	0.0906	0.0905	1.1722
Cr	0.085	0.0893	0.0887	0.089	0.089	0.0893	0.0883	0.0895	0.0882	0.0881	0.0885	0.0884	1.397
Cd	0.0491	0.049	0.0488	0.0487	0.0487	0.0485	0.0484	0.0485	0.048	0.0479	0.0479	0.0485	0.9085
Pb	0.0987	0.1005	0.0973	0.104	0.104	0.1027	0.1036	0.1005	0.0994	0.1001	0.0981	0.1008	2.4007
Si	0.0274	0.0274	0.0273	0.0264	0.0274	0.0269	0.0271	0.0273	0.0271	0.0276	0.028	0.0273	1.448

表 33 5#样品测定结果

元素	测定值/%											平均值/%	RSD/%
Cd	0.0883	0.0866	0.0867	0.0865	0.0876	0.0877	0.0873	0.0873	0.0878	0.0881	0.0869	0.0873	0.7045

3.11 清远佳致新材料研究院有限公司验证报告

表 34 1#精密度实验

元素	11次平行测定/%											均值%	SD	RSD/%
K	0.0035	0.0033	0.0036	0.0034	0.0035	0.0031	0.0037	0.0030	0.0035	0.0032	0.0036	0.0034	0.0002	6.62
Na	0.0485	0.0488	0.0484	0.0475	0.0466	0.0474	0.0472	0.0470	0.0477	0.0478	0.0469	0.0476	0.0007	1.48
Ca	0.0085	0.0084	0.0086	0.0088	0.0078	0.0079	0.0081	0.0082	0.0083	0.0077	0.0081	0.0082	0.0003	4.21
Fe	0.0053	0.0050	0.0051	0.0053	0.0048	0.0047	0.0046	0.0051	0.0049	0.0050	0.0048	0.0050	0.0002	4.62
Cu	0.0058	0.0057	0.0056	0.0059	0.0058	0.0059	0.0056	0.0061	0.0058	0.0056	0.0060	0.0058	0.0002	2.89
Cr	0.0032	0.0032	0.0031	0.0033	0.0032	0.0030	0.0031	0.0033	0.0030	0.0032	0.0032	0.0031	0.0001	3.14
Cd	0.0019	0.0020	0.0022	0.0021	0.0019	0.0020	0.0020	0.0019	0.0020	0.0019	0.0018	0.0020	0.0001	5.59
Pb	0.0043	0.0045	0.0042	0.0045	0.0043	0.0045	0.0046	0.0041	0.0046	0.0045	0.0044	0.0044	0.0002	3.56
Si	0.0227	0.0215	0.0233	0.0214	0.0223	0.0219	0.0220	0.0231	0.0211	0.0220	0.0225	0.0222	0.0007	3.10

表 35 2#精密度实验

元素	11次平行测定/%											均值%	SD	RSD/%
K	0.0109	0.0116	0.0115	0.0117	0.0112	0.0111	0.0113	0.0116	0.0112	0.0113	0.0114	0.0113	0.0002	2.14
Na	0.0108	0.0109	0.0107	0.0109	0.0108	0.0109	0.0114	0.0112	0.0100	0.0108	0.0107	0.0108	0.0003	3.22
Ca	0.0122	0.0124	0.0122	0.0120	0.0122	0.0112	0.0118	0.0124	0.0117	0.0122	0.0121	0.0120	0.0004	2.93
Fe	0.0120	0.0123	0.0115	0.0118	0.0117	0.0119	0.0120	0.0125	0.0116	0.0121	0.0119	0.0119	0.0003	2.46
Cu	0.0141	0.0142	0.0140	0.0145	0.0138	0.0143	0.0139	0.0142	0.0138	0.0144	0.0142	0.0141	0.0002	1.65
Cr	0.0104	0.0100	0.0102	0.0101	0.0104	0.0098	0.0101	0.0107	0.0099	0.0102	0.0106	0.0102	0.0003	2.67

Cd	0.0061	0.0062	0.0060	0.0061	0.0061	0.0060	0.0060	0.0059	0.0063	0.0059	0.0061	0.0060	0.0001	2.01
Pb	0.0098	0.0097	0.0097	0.0096	0.0101	0.0099	0.0098	0.0097	0.0103	0.0100	0.0101	0.0099	0.0002	2.19

表 36 3#精密度实验

元素	11 次平行测定/%											均值%	SD	RSD/%
K	0.0438	0.0435	0.0443	0.0449	0.0437	0.0450	0.0444	0.0446	0.0437	0.0443	0.0438	0.0441	0.0005	1.15
Na	0.0733	0.0733	0.0759	0.0747	0.0718	0.0718	0.0739	0.0736	0.0733	0.0736	0.0726	0.0734	0.0012	1.61
Ca	0.0469	0.0469	0.0478	0.0478	0.0461	0.0462	0.0461	0.0470	0.0465	0.0464	0.0467	0.0467	0.0006	1.29
Fe	0.0457	0.0454	0.0465	0.0466	0.0451	0.0447	0.0443	0.0446	0.0467	0.0457	0.0466	0.0456	0.0009	1.93
Cu	0.0515	0.0510	0.0521	0.0523	0.0522	0.0514	0.0525	0.0521	0.0529	0.0519	0.0518	0.0520	0.0005	1.03
Cr	0.0502	0.0509	0.0512	0.0505	0.0515	0.0502	0.0509	0.0531	0.0514	0.0512	0.0506	0.0511	0.0008	1.59
Cd	0.0267	0.0266	0.0272	0.0269	0.0268	0.0269	0.0265	0.0273	0.0260	0.0272	0.0269	0.0268	0.0004	1.32
Pb	0.0535	0.0544	0.0535	0.0534	0.0541	0.0527	0.0521	0.0542	0.0527	0.0539	0.0531	0.0534	0.0007	1.34
Si	0.0604	0.0603	0.0604	0.0580	0.0625	0.0654	0.0632	0.0623	0.0592	0.0619	0.0619	0.0614	0.0020	3.33

表 37 4#精密度实验

元素	11 次平行测定/%											均值%	SD	RSD/%
K	0.0842	0.0856	0.0845	0.0855	0.0835	0.0858	0.0849	0.0837	0.0850	0.0845	0.0830	0.0846	0.0009	1.07
Na	0.0676	0.0662	0.0638	0.0688	0.0670	0.0666	0.0658	0.0698	0.0654	0.0663	0.0679	0.0668	0.0017	2.48
Ca	0.0850	0.0845	0.0857	0.0860	0.0859	0.0848	0.0840	0.0865	0.0870	0.0862	0.0846	0.0855	0.0009	1.11
Fe	0.0845	0.0839	0.0844	0.0834	0.0840	0.0839	0.0812	0.0815	0.0826	0.0830	0.0842	0.0833	0.0011	1.36
Cu	0.0950	0.0965	0.0962	0.0960	0.0966	0.0942	0.0941	0.0945	0.0948	0.0968	0.0954	0.0955	0.0010	1.05
Cr	0.0970	0.0953	0.0948	0.0945	0.0939	0.0951	0.0968	0.0955	0.0937	0.0955	0.0942	0.0951	0.0011	1.13
Cd	0.0500	0.0495	0.0515	0.0505	0.0518	0.0505	0.0501	0.0511	0.0490	0.0503	0.0506	0.0504	0.0008	1.63
Pb	0.0937	0.0955	0.0954	0.0940	0.0950	0.0957	0.0941	0.0947	0.0947	0.0894	0.0964	0.0944	0.0019	1.97
Si	0.0279	0.0290	0.0290	0.0275	0.0267	0.0294	0.0283	0.0290	0.0279	0.0279	0.0281	0.0282	0.0008	2.80

表 38 5#精密度实验

元素	11 次平行测定/%											均值%	SD	RSD/%
Cd	0.0862	0.0889	0.0857	0.0868	0.0884	0.0868	0.0878	0.0887	0.0863	0.0865	0.0860	0.0871	0.0012	1.32

镍锰酸锂试料用盐酸溶解后，于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上测定钾、钠、钙、铁、铜、铬、镉、铅、硅的激发强度，自工作曲线上查得各元素质量浓度并计算其质量分数。由试验结果可以看出，该方法平行试验结果基本一致、精密度较好，同意推荐为行业标准分析方法。

3.12 北京当升材料科技股份有限公司验证报告

表 39 1#精密度实验

编号	结果/%											均值/%	RSD/%
K	0.0026	0.0032	0.0027	0.0031	0.0027	0.0031	0.0027	0.0028	0.0029	0.0028	0.0028	0.0029	6.89
Na	0.0425	0.0425	0.0426	0.0432	0.0432	0.0431	0.0434	0.0435	0.0428	0.0435	0.0436	0.0431	0.97
Ca	0.0080	0.0080	0.0077	0.0078	0.0072	0.0078	0.0080	0.0072	0.0072	0.0072	0.0072	0.0076	4.87
Fe	0.0042	0.0041	0.0038	0.0039	0.0038	0.0041	0.0042	0.0042	0.0043	0.0044	0.0045	0.0041	5.54
Cu	0.0061	0.0059	0.0058	0.0061	0.0061	0.0059	0.0058	0.0058	0.0059	0.0061	0.0058	0.0059	2.29

Cr	0.0025	0.0025	0.0026	0.0024	0.0025	0.0024	0.0025	0.0024	0.0025	0.0024	0.0025	0.0025	2.62
Cd	0.0015	0.0015	0.0015	0.0014	0.0015	0.0016	0.0015	0.0015	0.0014	0.0015	0.0015	0.0015	3.62
Pb	0.0043	0.0042	0.0046	0.0046	0.0045	0.0045	0.0043	0.0042	0.0041	0.0041	0.0042	0.0043	4.40
Si	0.0205	0.0206	0.0211	0.0209	0.0205	0.0198	0.0199	0.0212	0.0211	0.0209	0.0208	0.0207	2.26

表 40 2#精密度实验

编号	结果/%												均值/%	RSD/%
K	0.0112	0.0112	0.0111	0.0111	0.0108	0.0110	0.0108	0.0108	0.0110	0.0108	0.0110	0.0110	1.46	
Na	0.0100	0.0100	0.0098	0.0098	0.0089	0.0089	0.0098	0.0095	0.0095	0.0099	0.0093	0.0096	4.20	
Ca	0.0112	0.0112	0.0111	0.0110	0.0107	0.0108	0.0109	0.0109	0.0106	0.0106	0.0107	0.0109	2.05	
Fe	0.0107	0.0106	0.0105	0.0106	0.0107	0.0106	0.0107	0.0105	0.0106	0.0106	0.0105	0.0106	0.73	
Cu	0.0139	0.0140	0.0139	0.0138	0.0134	0.0133	0.0143	0.0142	0.0136	0.0142	0.0138	0.0139	2.34	
Cr	0.0091	0.0091	0.0091	0.0090	0.0095	0.0093	0.0093	0.0092	0.0091	0.0081	0.0091	0.0091	3.90	
Cd	0.0055	0.0055	0.0054	0.0058	0.0057	0.0056	0.0054	0.0054	0.0054	0.0053	0.0055	0.0055	2.70	
Pb	0.0100	0.0099	0.0098	0.0097	0.0101	0.0100	0.0102	0.0101	0.0098	0.0099	0.0099	0.0099	1.52	

表 41 3#精密度实验

编号	结果/%												均值/%	RSD/%
K	0.0433	0.0438	0.0434	0.0437	0.0437	0.0436	0.0441	0.0438	0.0434	0.0444	0.0441	0.0438	0.77	
Na	0.0730	0.0729	0.0732	0.0732	0.0731	0.0730	0.0722	0.0740	0.0739	0.0706	0.0708	0.0727	1.52	
Ca	0.0455	0.0455	0.0454	0.0453	0.0453	0.0450	0.0449	0.0446	0.0444	0.0445	0.0443	0.0450	1.02	
Fe	0.0441	0.0441	0.0451	0.0451	0.0449	0.0416	0.0407	0.0407	0.0421	0.0432	0.0433	0.0432	3.88	
Cu	0.0519	0.0518	0.0518	0.0525	0.0528	0.0523	0.0524	0.0525	0.0512	0.0512	0.0511	0.0520	1.15	
Cr	0.0508	0.0501	0.0508	0.0509	0.0500	0.0511	0.0500	0.0497	0.0495	0.0499	0.0499	0.0502	1.09	
Cd	0.0257	0.0276	0.0277	0.0276	0.0245	0.0244	0.0265	0.0264	0.0265	0.0267	0.0276	0.0265	4.50	
Pb	0.0530	0.0524	0.0524	0.0517	0.0517	0.0520	0.0519	0.0518	0.0530	0.0522	0.0523	0.0522	0.89	
Si	0.0595	0.0592	0.0593	0.0602	0.0605	0.0607	0.0607	0.0582	0.0583	0.0599	0.0599	0.0597	1.46	

表 42 4#精密度实验

编号	结果/%												均值/%	RSD/%
K	0.0830	0.0829	0.0828	0.0811	0.0811	0.0823	0.0823	0.0822	0.0815	0.0816	0.0813	0.0820	0.88	
Na	0.0658	0.0662	0.0666	0.0648	0.0650	0.0685	0.0668	0.0667	0.0659	0.0658	0.0668	0.0663	1.52	
Ca	0.0857	0.0859	0.0858	0.0844	0.0832	0.0830	0.0828	0.0830	0.0825	0.0837	0.0833	0.0839	1.54	
Fe	0.0833	0.0835	0.0825	0.0854	0.0812	0.0822	0.0823	0.0826	0.0811	0.0805	0.0802	0.0823	1.82	
Cu	0.0977	0.0936	0.0948	0.0963	0.0956	0.0958	0.0955	0.0945	0.0944	0.0945	0.0941	0.0952	1.23	
Cr	0.0898	0.0886	0.0956	0.0949	0.0955	0.0956	0.0899	0.0944	0.0968	0.0952	0.0925	0.0935	3.04	
Cd	0.0501	0.0502	0.0500	0.0489	0.0479	0.0499	0.0511	0.0509	0.0496	0.0505	0.0501	0.0499	1.80	
Pb	0.0915	0.0920	0.0918	0.0942	0.0935	0.0921	0.0923	0.0922	0.0909	0.0921	0.0932	0.0923	1.02	
Si	0.0268	0.0270	0.0265	0.0266	0.0263	0.0264	0.0263	0.0270	0.0268	0.0258	0.0270	0.0266	1.42	

表 43 5#精密度实验

编 号	结果/%											均值	RSD/%
												/%	
Cd	0.0866	0.0852	0.0875	0.0874	0.0865	0.0852	0.0853	0.0869	0.0856	0.0854	0.0863	0.0862	1.02

3.13 华友新能源科技（衢州）有限公司验证报告

根据全国有色金属标准化技术委员会《镍锰酸锂化学分析方法 第 6 部分：钾、钠、钙、铁、铜、铬、镉、铅、硅含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》行业标准制订计划，由广东邦普循环科技有限公司负责起草，华友新能源科技（衢州）有限公司参加验证。

表 44 1#精密度实验

编 号	结果/%											均值/%	RSD/%
K	0.001365	0.001244	0.001365	0.00141	0.00133	0.001291	0.001326	0.001482	0.001261	0.001277	0.001318	0.001334	5.22
Na	0.03983	0.03962	0.04026	0.03999	0.03937	0.04026	0.03921	0.03936	0.03936	0.04022	0.03955	0.039730	1.01
Ca	0.005328	0.004992	0.005294	0.006081	0.005221	0.005407	0.005539	0.005222	0.005369	0.005397	0.005611	0.005406	5.15
Fe	0.004057	0.004328	0.004299	0.00415	0.004047	0.003903	0.004386	0.004324	0.00413	0.004246	0.003969	0.004167	3.86
Cu	0.004518	0.00455	0.004587	0.004531	0.004472	0.004538	0.004525	0.004417	0.004381	0.004506	0.004512	0.004503	1.32
Cr	0.002787	0.002769	0.002804	0.002761	0.00277	0.002697	0.002719	0.002685	0.002614	0.002763	0.00271	0.002734	2.03
Cd	0.001938	0.001924	0.001982	0.00201	0.001973	0.001896	0.001986	0.001951	0.001863	0.001999	0.002002	0.001957	2.42
Si	0.009697	0.009776	0.01012	0.009727	0.009994	0.009813	0.009881	0.009837	0.009865	0.009641	0.01032	0.009879	2.01

表 45 2#精密度实验

编 号	结果/%											均值/%	RSD/%
K	0.00871	0.008488	0.008542	0.008282	0.008472	0.008879	0.008626	0.008631	0.008281	0.008445	0.008745	0.008555	2.18
Na	0.003464	0.003425	0.003463	0.003367	0.003508	0.003758	0.003567	0.003514	0.003252	0.003379	0.00362	0.003483	3.90
Ca	0.009972	0.01015	0.01109	0.010698	0.010779	0.01095	0.010145	0.009967	0.010678	0.010485	0.010613	0.010502	3.72
Fe	0.01101	0.01067	0.0116	0.01099	0.01068	0.01071	0.01046	0.01054	0.01055	0.01065	0.01096	0.010802	3.00
Cu	0.01226	0.01232	0.01242	0.01217	0.01215	0.01211	0.01239	0.01225	0.01222	0.01213	0.01221	0.012239	0.84
Cr	0.009505	0.009571	0.009502	0.009437	0.009314	0.009416	0.009333	0.009413	0.009226	0.009304	0.009333	0.009396	1.11
Cd	0.005936	0.005922	0.005963	0.005984	0.005918	0.005916	0.005949	0.005905	0.006027	0.005896	0.005883	0.005936	0.71
Pb	0.004606	0.004455	0.004779	0.004793	0.005046	0.004489	0.004752	0.004632	0.00483	0.004738	0.004817	0.004722	3.56
Si	0.006334	0.006983	0.00659	0.006546	0.00688	0.006707	0.007075	0.006457	0.00626	0.006711	0.006829	0.006670	3.92

表 46 3#精密度实验

编 号	结果/%											均值/%	RSD/%
K	0.0432	0.04378	0.04262	0.04334	0.04357	0.04291	0.0435	0.0434	0.04275	0.04265	0.0439	0.043238	1.04
Na	0.06416	0.06559	0.06416	0.06475	0.0657	0.06613	0.06526	0.06646	0.06611	0.06388	0.06583	0.065275	1.37
Ca	0.04258	0.04292	0.04258	0.04264	0.04158	0.04495	0.0461	0.04139	0.04289	0.04308	0.04253	0.043022	3.18
Fe	0.04417	0.04363	0.04417	0.04347	0.04357	0.04414	0.04401	0.04289	0.0417	0.0416	0.04116	0.043137	2.63
Cu	0.04819	0.04856	0.04819	0.04813	0.04928	0.04871	0.04786	0.04788	0.04869	0.04812	0.04758	0.048290	1.00
Cr	0.04814	0.04793	0.04814	0.04775	0.04858	0.04825	0.04834	0.04816	0.04739	0.04746	0.04702	0.047924	0.98

Cd	0.02619	0.02657	0.02619	0.02653	0.02685	0.02659	0.02658	0.0265	0.02585	0.02603	0.02593	0.026346	1.23
Pb	0.04901	0.05044	0.04901	0.0504	0.05101	0.05111	0.04926	0.0477	0.05034	0.04667	0.04983	0.049525	2.79
Si	0.03468	0.03471	0.03468	0.03347	0.0339	0.03417	0.03388	0.0344	0.03412	0.03423	0.03371	0.034177	1.22

表 47 4#精密度实验

编号	结果/%											均值/%	RSD/%
K	0.07738	0.07862	0.07821	0.07941	0.08072	0.08203	0.07983	0.07973	0.08392	0.0822	0.0822	0.080386	2.50
Na	0.05759	0.05881	0.05724	0.059	0.05786	0.0608	0.05743	0.05911	0.06134	0.06156	0.05977	0.059137	2.63
Ca	0.07825	0.08096	0.08015	0.08001	0.08163	0.08139	0.08156	0.08402	0.08807	0.08445	0.08424	0.082248	3.32
Fe	0.08868	0.0902	0.0849	0.0816	0.09036	0.08865	0.08432	0.08432	0.08971	0.0855	0.09047	0.087155	3.56
Cu	0.08859	0.09077	0.09043	0.09067	0.09054	0.09311	0.08863	0.09116	0.09288	0.09425	0.09278	0.091255	2.00
Cr	0.08721	0.09056	0.0885	0.08973	0.08951	0.08998	0.08816	0.08731	0.09092	0.0916	0.09238	0.089624	1.89
Cd	0.04862	0.05175	0.05201	0.05032	0.05204	0.05269	0.04913	0.04762	0.04945	0.05163	0.05295	0.050746	3.55
Pb	0.09122	0.09978	0.08911	0.0916	0.0933	0.09387	0.09263	0.09029	0.09626	0.09278	0.09519	0.093275	3.20
Si	0.0144	0.01458	0.01466	0.01459	0.01501	0.01475	0.01375	0.01411	0.0158	0.01505	0.0146	0.014664	3.61

表 48 5#精密度实验

编号	结果/%											均值/%	RSD/%
Cd	0.09577	0.0909	0.0902	0.09689	0.0901	0.09215	0.0932	0.088	0.08703	0.09267	0.09498	0.091990	3.40

3.14 湖南杉杉能源科技股份有限公司验证报告

表 49 1#精密度实验

编号	结果/%											均值/%	RSD/%
K	0.004	0.0042	0.0044	0.0041	0.0043	0.0044	0.0042	0.0044	0.0041	0.0043	0.0041	0.0042	3.86
Na	0.0435	0.0431	0.043	0.0434	0.0442	0.0447	0.0441	0.0437	0.0437	0.0445	0.0441	0.0438	1.29
Ca	0.0078	0.0076	0.0083	0.0078	0.0085	0.0096	0.0079	0.0084	0.0079	0.008	0.0084	0.0082	6.65
Fe	0.0046	0.0043	0.0044	0.0043	0.0043	0.0044	0.0045	0.0043	0.0043	0.0044	0.0043	0.0044	2.24
Cu	0.006	0.0059	0.006	0.006	0.0059	0.0061	0.0058	0.0059	0.006	0.006	0.006	0.0060	1.22
Cr	0.0032	0.0032	0.0032	0.0033	0.0033	0.0033	0.0032	0.0032	0.0033	0.0032	0.0032	0.0032	0.96
Cd	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.0019	0.002	0.002	0.002	0.0020	2.10
Pb	0.0023	0.0021	0.0022	0.0023	0.0022	0.002	0.0021	0.0023	0.0022	0.0021	0.0023	0.0022	4.68
Si	0.0241	0.0253	0.0254	0.0257	0.0253	0.0247	0.0252	0.0257	0.0259	0.0256	0.0259	0.0253	2.15

表 50 2#精密度实验

编号	结果/%											均值/%	RSD/%
----	------	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	------	-------

K	0.0103	0.0102	0.0102	0.01	0.0104	0.0093	0.01	0.0099	0.0099	0.0108	0.0102	0.0101	3.66
Na	0.0103	0.0107	0.011	0.011	0.0109	0.0108	0.0106	0.0109	0.0105	0.0108	0.0106	0.0107	2.22
Ca	0.0132	0.0135	0.0133	0.013	0.013	0.0133	0.0132	0.0133	0.0131	0.013	0.0128	0.0132	1.39
Fe	0.0122	0.0126	0.012	0.0121	0.012	0.012	0.0121	0.0121	0.0121	0.0121	0.0121	0.0121	1.36
Cu	0.0141	0.0146	0.014	0.014	0.0141	0.0141	0.014	0.0142	0.0139	0.0141	0.014	0.0141	1.35
Cr	0.0102	0.0107	0.0102	0.0102	0.0102	0.0102	0.0102	0.0104	0.0101	0.0103	0.0102	0.0103	1.49
Cd	0.0062	0.0066	0.0062	0.0061	0.0062	0.0062	0.0062	0.0062	0.0061	0.0062	0.0061	0.0062	2.06
Pb	0.0074	0.0078	0.0075	0.0078	0.0072	0.0071	0.0078	0.0074	0.0076	0.0076	0.0072	0.0075	3.35
Si	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/

表 51 3#精密度实验

编号	结果/%												均值/%	RSD/%
K	0.0444	0.0403	0.0399	0.0456	0.043	0.0452	0.0434	0.0426	0.0468	0.0446	0.0421	0.0435	4.94	
Na	0.0673	0.0681	0.0679	0.0684	0.068	0.0689	0.0687	0.0691	0.068	0.0682	0.0682	0.0683	0.73	
Ca	0.048	0.0482	0.0437	0.0511	0.049	0.049	0.049	0.0487	0.049	0.049	0.0492	0.0485	3.69	
Fe	0.0478	0.0482	0.0435	0.0479	0.0473	0.0482	0.0481	0.0481	0.0478	0.0483	0.0475	0.0475	2.90	
Cu	0.0513	0.0517	0.0467	0.0513	0.051	0.0518	0.0514	0.0516	0.0515	0.0516	0.0505	0.0509	2.84	
Cr	0.0501	0.0506	0.0454	0.0504	0.0495	0.0509	0.0506	0.0506	0.0503	0.0508	0.0494	0.0499	3.11	
Cd	0.0272	0.0277	0.0247	0.0274	0.0272	0.0273	0.0274	0.0276	0.0274	0.0274	0.027	0.0271	3.03	
Pb	0.0547	0.0553	0.05	0.0568	0.0553	0.0561	0.0532	0.0541	0.0529	0.0545	0.0532	0.0542	3.44	
Si	0.0574	0.056	0.0526	0.0585	0.0583	0.0582	0.0583	0.058	0.0585	0.0582	0.0584	0.0575	3.10	

表 52 4#精密度实验

编号	结果/%												均值/%	RSD/%
K	0.0856	0.0842	0.0856	0.0839	0.0843	0.0872	0.0866	0.0867	0.0848	0.0832	0.0838	0.0851	1.57	
Na	0.0644	0.0652	0.0646	0.0652	0.0655	0.065	0.0645	0.0649	0.065	0.0651	0.0648	0.0649	0.54	
Ca	0.0901	0.0908	0.0884	0.0882	0.0882	0.0899	0.0899	0.0896	0.0888	0.0888	0.0908	0.0894	1.10	
Fe	0.0928	0.0926	0.0928	0.0921	0.0923	0.0919	0.0936	0.0932	0.0928	0.0924	0.0935	0.0927	0.59	
Cu	0.0959	0.0956	0.0955	0.0951	0.0954	0.095	0.0968	0.0965	0.0958	0.0957	0.0966	0.0958	0.63	
Cr	0.0939	0.0936	0.0938	0.0928	0.0926	0.0925	0.0941	0.0951	0.0934	0.0928	0.0933	0.0934	0.83	
Cd	0.0522	0.0524	0.0525	0.0521	0.052	0.0521	0.0532	0.0526	0.0525	0.0524	0.0526	0.0524	0.65	
Pb	0.0943	0.0934	0.0939	0.0926	0.0957	0.0892	0.0954	0.0943	0.0972	0.0899	0.0931	0.0935	2.54	
Si	0.0286	0.0293	0.0277	0.0283	0.0278	0.0298	0.028	0.029	0.0298	0.0287	0.0293	0.0287	2.65	

表 53 5#精密度实验

编号	结果/%												均值/%	RSD/%
Cd	0.0892	0.0891	0.0887	0.0893	0.0888	0.089	0.0889	0.0888	0.09	0.0911	0.0905	0.0894	0.87	

3.15 深圳清华大学研究院验证报告

表 54 1#精密度数据

编号	结果/%											均值 /%	RSD/%
K	0.0034	0.0037	0.0032	0.0035	0.0033	0.0040	0.0036	0.0036	0.0035	0.0039	0.0037	0.0036	6.70
Na	0.0456	0.0467	0.0465	0.0466	0.0459	0.0478	0.0477	0.0469	0.0476	0.0486	0.0474	0.0470	1.89
Ca	0.0085	0.0082	0.0089	0.0079	0.0087	0.0086	0.0081	0.0091	0.0089	0.0086	0.0084	0.0085	4.30
Fe	0.0048	0.0049	0.0052	0.0049	0.0051	0.0052	0.0053	0.0051	0.0052	0.0047	0.0052	0.0051	3.89
Cu	0.0062	0.0061	0.0062	0.0061	0.0060	0.0063	0.0062	0.0061	0.0059	0.0062	0.0063	0.0061	1.97
Cr	0.0031	0.0030	0.0029	0.0031	0.0031	0.0030	0.0029	0.0030	0.0030	0.0031	0.0029	0.0030	2.76
Cd	0.0020	0.0021	0.0019	0.0019	0.0020	0.0020	0.0021	0.0019	0.0020	0.0019	0.0019	0.0020	3.99
Pb	0.0047	0.0048	0.0049	0.0048	0.0047	0.0048	0.0046	0.0047	0.0045	0.0047	0.0048	0.0047	2.33
Si	0.0231	0.0225	0.0229	0.0221	0.0213	0.0215	0.0219	0.0223	0.0215	0.0229	0.0205	0.0220	3.63

表 55 2#精密度实验

编号	结果/%											均值 /%	RSD/%
K	0.0119	0.0121	0.0119	0.0118	0.0121	0.0120	0.0123	0.0119	0.0122	0.0124	0.0119	0.0120	1.59
Na	0.0115	0.0113	0.0109	0.0115	0.0111	0.0117	0.0119	0.0109	0.0110	0.0111	0.0114	0.0113	2.94
Ca	0.0119	0.0118	0.0120	0.0119	0.0114	0.0118	0.0115	0.0116	0.0117	0.0114	0.0118	0.0117	1.77
Fe	0.0113	0.0117	0.0120	0.0116	0.0114	0.0116	0.0116	0.0110	0.0109	0.0113	0.0115	0.0114	2.75
Cu	0.0145	0.0142	0.0140	0.0143	0.0144	0.0149	0.0144	0.0145	0.0147	0.0146	0.0142	0.0144	1.76
Cr	0.0098	0.0104	0.0102	0.0099	0.0097	0.0096	0.0100	0.0101	0.0102	0.0099	0.0105	0.0100	2.82
Cd	0.0060	0.0064	0.0060	0.0061	0.0059	0.0063	0.0060	0.0058	0.0062	0.0060	0.0056	0.0060	3.72
Pb	0.0103	0.0102	0.0100	0.0094	0.0104	0.0096	0.0099	0.0102	0.0104	0.0101	0.0103	0.0101	3.24

表 56 3#精密度实验

编号	结果/%											均值 /%	RSD/%
K	0.0441	0.0439	0.0452	0.0444	0.0428	0.0466	0.0451	0.0449	0.0448	0.0435	0.0439	0.0445	2.28
Na	0.0709	0.0719	0.0764	0.0775	0.0704	0.0709	0.0725	0.0738	0.0725	0.0737	0.0729	0.0730	3.07
Ca	0.0455	0.0459	0.0469	0.0470	0.0449	0.0445	0.0456	0.0450	0.0462	0.0475	0.0459	0.0459	2.05
Fe	0.0438	0.0436	0.0441	0.0438	0.0424	0.0452	0.0436	0.0443	0.0438	0.0435	0.0446	0.0439	1.61
Cu	0.0511	0.0519	0.0520	0.0532	0.0525	0.0518	0.0516	0.0526	0.0517	0.0523	0.0518	0.0520	1.09
Cr	0.0491	0.0499	0.0501	0.0498	0.0508	0.0489	0.0511	0.0515	0.0516	0.0510	0.0501	0.0504	1.82
Cd	0.0272	0.0267	0.0271	0.0269	0.0265	0.0262	0.0267	0.0264	0.0261	0.0253	0.0270	0.0266	2.07
Pb	0.0531	0.0541	0.0538	0.0544	0.0539	0.0546	0.0526	0.0541	0.0537	0.0533	0.0531	0.0537	1.14
Si	0.0592	0.0581	0.0629	0.0581	0.0612	0.0593	0.0628	0.0613	0.0589	0.0614	0.0624	0.0605	3.04

表 57 4#精密度实验

编号	结果/%											均值 /%	RSD/%
----	------	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	----------	-------

K	0.0846	0.0841	0.0855	0.0843	0.0874	0.0844	0.0834	0.0871	0.0859	0.0861	0.0871	0.0854	1.61
Na	0.0669	0.0710	0.0687	0.0702	0.0699	0.0714	0.0684	0.0668	0.0661	0.0717	0.0707	0.0693	2.86
Ca	0.0845	0.0848	0.0849	0.0850	0.0842	0.0865	0.0836	0.0849	0.0834	0.0846	0.0834	0.0845	1.04
Fe	0.0827	0.0851	0.0816	0.0815	0.0828	0.0811	0.0814	0.0846	0.0830	0.0848	0.0834	0.0829	1.74
Cu	0.0969	0.0948	0.0969	0.0948	0.0954	0.0937	0.0941	0.0968	0.0954	0.0940	0.0955	0.0953	1.22
Cr	0.0977	0.0958	0.0934	0.0969	0.0945	0.0952	0.0937	0.0972	0.0974	0.0964	0.0973	0.0960	1.60
Cd	0.0503	0.0496	0.0511	0.0504	0.0506	0.0503	0.0514	0.0495	0.0518	0.0489	0.0505	0.0504	1.65
Pb	0.0915	0.0936	0.0950	0.0921	0.0948	0.0921	0.0927	0.0917	0.0920	0.0914	0.0923	0.0926	1.36
Si	0.0264	0.0260	0.0263	0.0290	0.0274	0.0264	0.0261	0.0270	0.0286	0.0276	0.0263	0.0270	3.80

表 58 5#精密度实验

编 号	结果/%											均值 /%	RSD/%
Cd	0.0865	0.0856	0.0853	0.0845	0.0868	0.0885	0.0841	0.0851	0.0877	0.0865	0.0887	0.0863	1.79

3.16 湖南长远锂科股份有限公司验证报告

表 59 1#精密度实验

编号	结果/%											均值 /%	RSD/%
K	0.0033	0.0037	0.0031	0.0035	0.0037	0.0032	0.0034	0.0031	0.0035	0.0038	0.0036	0.0034	7.15
Na	0.0480	0.0483	0.0472	0.0487	0.0489	0.0476	0.0469	0.0478	0.0483	0.0489	0.0478	0.0480	1.38
Ca	0.0077	0.0087	0.0079	0.0081	0.0085	0.0075	0.0084	0.0086	0.0079	0.0087	0.0091	0.0083	5.98
Fe	0.0049	0.0052	0.0047	0.0052	0.0048	0.0049	0.0049	0.0050	0.0047	0.0052	0.0048	0.0049	3.87
Cu	0.0057	0.0062	0.0058	0.0062	0.0059	0.0058	0.0062	0.0061	0.0058	0.0059	0.0061	0.0060	3.18
Cr	0.0027	0.0029	0.0028	0.0030	0.0028	0.0029	0.0031	0.0029	0.0029	0.0031	0.0029	0.0029	4.20
Cd	0.0019	0.0020	0.0019	0.0021	0.0019	0.0020	0.0019	0.0021	0.0019	0.0021	0.0019	0.0020	4.59
Pb	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/
Si	0.0222	0.0234	0.0238	0.0229	0.0235	0.0222	0.0234	0.0238	0.0235	0.0237	0.0229	0.0232	2.52

表 60 2#精密度实验

编号	结果/%											均值 /%	RSD/%
K	0.0125	0.0118	0.0119	0.0121	0.0123	0.0119	0.0121	0.0118	0.0123	0.0118	0.0121	0.0121	1.98
Na	0.0108	0.0113	0.0116	0.0110	0.0117	0.0113	0.0115	0.0108	0.0118	0.0113	0.0115	0.0113	3.01
Ca	0.0114	0.0116	0.0113	0.0115	0.0114	0.0117	0.0116	0.0115	0.0113	0.0114	0.0117	0.0115	1.26
Fe	0.0113	0.0115	0.0116	0.0113	0.0114	0.0118	0.0112	0.0113	0.0116	0.0114	0.0117	0.0115	1.67
Cu	0.0142	0.0141	0.0139	0.0142	0.0139	0.0142	0.0141	0.0144	0.0141	0.0138	0.0141	0.0141	1.21
Cr	0.0099	0.0096	0.0101	0.0089	0.0098	0.0097	0.0103	0.0094	0.0095	0.0101	0.0098	0.0097	3.99
Cd	0.0059	0.0060	0.0058	0.0059	0.0062	0.0063	0.0060	0.0062	0.0059	0.0063	0.0058	0.0060	3.16

Pb	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/
Si	0.0089	0.0085	0.0087	0.0079	0.0083	0.0094	0.0076	0.0087	0.0078	0.0093	0.0083	0.0085	6.90

表 61 3#精密度实验

编号	结果/%												均值 /%	RSD/%
K	0.0445	0.0449	0.0453	0.0451	0.0453	0.0449	0.0452	0.0443	0.0452	0.0451	0.0449	0.0450	0.72	
Na	0.0722	0.0745	0.0756	0.0735	0.0762	0.0754	0.0722	0.0745	0.0762	0.0756	0.0735	0.0745	1.97	
Ca	0.0448	0.0452	0.0476	0.0467	0.0453	0.0472	0.0456	0.0465	0.0467	0.0474	0.0476	0.0464	2.21	
Fe	0.0439	0.0444	0.0435	0.0439	0.0454	0.0459	0.0437	0.0459	0.0441	0.0457	0.0467	0.0448	2.48	
Cu	0.0514	0.0523	0.0528	0.0519	0.0521	0.0528	0.0516	0.0527	0.0519	0.0523	0.0516	0.0521	0.96	
Cr	0.0493	0.0497	0.0517	0.0521	0.0499	0.0517	0.0522	0.0497	0.0521	0.0517	0.0509	0.0510	2.22	
Cd	0.0273	0.0269	0.0274	0.0262	0.0276	0.0269	0.0273	0.0257	0.0261	0.0267	0.0273	0.0269	2.30	
Pb	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	
Si	0.0598	0.0587	0.0621	0.0617	0.0592	0.0611	0.0629	0.0588	0.0621	0.0617	0.0611	0.0608	2.41	

表 62 4#精密度实验

编号	结果/%												均值 /%	RSD/%
K	0.0844	0.0858	0.0857	0.0853	0.0859	0.0849	0.0863	0.0858	0.0853	0.0859	0.0852	0.0855	0.63	
Na	0.0677	0.0661	0.0687	0.0694	0.0685	0.0667	0.0687	0.0693	0.0673	0.0687	0.0693	0.0682	1.63	
Ca	0.0823	0.0834	0.0838	0.0829	0.0834	0.0833	0.0845	0.0823	0.0838	0.0829	0.0833	0.0833	0.78	
Fe	0.0814	0.0818	0.0824	0.0833	0.0818	0.0837	0.0822	0.0816	0.0828	0.0833	0.0824	0.0824	0.93	
Cu	0.0966	0.0953	0.0961	0.0975	0.0971	0.0969	0.0971	0.0966	0.0969	0.0971	0.0958	0.0966	0.68	
Cr	0.0944	0.0952	0.0949	0.0957	0.0959	0.0965	0.0954	0.0969	0.0954	0.0949	0.0957	0.0955	0.76	
Cd	0.0499	0.0503	0.0509	0.0507	0.0499	0.0502	0.0506	0.0503	0.0507	0.0512	0.0509	0.0505	0.84	
Pb	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	
Si	0.0270	0.0277	0.0275	0.0251	0.0286	0.0271	0.0299	0.0263	0.0273	0.0265	0.0283	0.0274	4.64	

表 63 5#精密度实验

编号	结果/%												均值 /%	RSD/%
K	0.0005	0.0006	0.0009	0.0003	0.0005	0.0007	0.0014	0.0007	0.0004	0.0005	0.0008	0.0007	45.34	
Na	0.0097	0.0098	0.0097	0.0098	0.0094	0.0104	0.0098	0.0102	0.0103	0.0097	0.0102	0.0099	3.17	
Ca	0.0087	0.0089	0.0093	0.0084	0.0099	0.0104	0.0093	0.0089	0.0099	0.0089	0.0097	0.0093	6.58	
Fe	0.0013	0.0014	0.0017	0.0016	0.0012	0.0017	0.0015	0.0019	0.0025	0.0014	0.0018	0.0016	21.91	
Cu	<	<	<	<	<	<	<	<	<	<	<	/	/	
Cr	0.0004	0.0003	0.0005	0.0003	0.0004	0.0004	0.0004	0.0003	0.0004	0.0005	0.0004	0.0004	17.92	
Cd	0.0871	0.0858	0.0841	0.0861	0.0845	0.0856	0.0867	0.0876	0.0881	0.0871	0.0858	0.0862	1.44	
Pb	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	

Si	0.0083	0.0079	0.0085	0.0081	0.0086	0.0083	0.0079	0.0089	0.0083	0.0091	0.0081	0.0084	4.61
----	--------	--------	--------	--------	--------	--------	--------	--------	--------	--------	--------	--------	------

注：因我司未对产品进行 Pb 含量的测定，因此除 Pb 含量未给出相关检测。

3.17 北矿检测技术有限公司验证报告

表 64 1# 样品精密度

编号	结果/%												均值 /%	RSD/%
K	0.0036	0.0033	0.0031	0.0033	0.0032	0.0034	0.0030	0.0031	0.0035	0.0031	0.0030	0.0032	5.93	
Na	0.0491	0.0488	0.0488	0.0489	0.0478	0.0486	0.0487	0.0479	0.0476	0.0477	0.0476	0.0483	1.17	
Ca	0.0088	0.0084	0.0080	0.0082	0.0079	0.0083	0.0081	0.0085	0.0079	0.0087	0.0076	0.0082	4.24	
Fe	0.0053	0.0049	0.0050	0.0049	0.0048	0.0049	0.0048	0.0050	0.0052	0.0046	0.0048	0.0049	3.78	
Cu	0.0063	0.0061	0.0060	0.0059	0.0061	0.0058	0.0062	0.0058	0.0056	0.0057	0.0056	0.0059	3.87	
Cr	0.0027	0.0026	0.0026	0.0026	0.0028	0.0027	0.0026	0.0028	0.0026	0.0029	0.0027	0.0027	3.70	
Cd	0.0020	0.0021	0.0019	0.0018	0.0021	0.0020	0.0019	0.0018	0.0021	0.0020	0.0018	0.0020	5.92	

表 65 2# 样品精密度

编号	结果/%												均值 /%	RSD/%
K	0.0112	0.0118	0.0119	0.0120	0.0121	0.0118	0.0122	0.0119	0.0118	0.0120	0.0119	0.0119	2.07	
Na	0.0116	0.0109	0.0111	0.0113	0.0114	0.0115	0.0111	0.0108	0.0117	0.0113	0.0113	0.0113	2.36	
Ca	0.0115	0.0120	0.0119	0.0117	0.0121	0.0120	0.0122	0.0121	0.0115	0.0114	0.0121	0.0119	2.31	
Fe	0.0120	0.0114	0.0114	0.0115	0.0118	0.0113	0.0118	0.0111	0.0118	0.0117	0.0112	0.0115	2.40	
Cu	0.0146	0.0144	0.0140	0.0139	0.0138	0.0142	0.0141	0.0139	0.0142	0.0139	0.0136	0.0141	1.93	
Cr	0.0101	0.0103	0.0096	0.0098	0.0102	0.0101	0.0102	0.0099	0.0102	0.0095	0.0096	0.0100	2.75	
Cd	0.0060	0.0062	0.0058	0.0059	0.0060	0.0062	0.0058	0.0063	0.0061	0.0062	0.0059	0.0060	2.76	

表 66 3# 样品精密度

编号	结果/%												均值 /%	RSD/%
K	0.0447	0.0442	0.0450	0.0452	0.0449	0.0451	0.0444	0.0457	0.0442	0.0458	0.0453	0.0450	1.16	
Na	0.0728	0.0726	0.0740	0.0736	0.0738	0.0745	0.0752	0.0749	0.0738	0.0746	0.0737	0.0740	1.04	
Ca	0.0466	0.0455	0.0454	0.0455	0.0460	0.0462	0.0465	0.0462	0.0451	0.0449	0.0453	0.0457	1.21	
Fe	0.0439	0.0442	0.0440	0.0442	0.0448	0.0451	0.0458	0.0456	0.0433	0.0446	0.0436	0.0445	1.71	
Cu	0.0528	0.0522	0.0521	0.0522	0.0528	0.0530	0.0526	0.0532	0.0526	0.0521	0.0523	0.0525	0.69	
Cr	0.0498	0.0506	0.0501	0.0502	0.0505	0.0506	0.0496	0.0504	0.0502	0.0513	0.0512	0.0504	0.98	
Cd	0.0272	0.0273	0.0271	0.0272	0.0266	0.0265	0.0266	0.0267	0.0269	0.0274	0.0268	0.0269	1.12	

表 67 4# 样品精密度

编号	结果/%												均值 /%	RSD/%
----	------	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	----------	-------

K	0.0849	0.0851	0.0862	0.0858	0.0856	0.0851	0.0863	0.0864	0.0847	0.0856	0.0862	0.0856	0.68
Na	0.0682	0.0669	0.0672	0.0673	0.0675	0.0671	0.0672	0.0671	0.0668	0.0665	0.0687	0.0673	0.89
Ca	0.0834	0.0856	0.0848	0.0845	0.0852	0.0849	0.0845	0.0836	0.0858	0.0862	0.0848	0.0848	0.96
Fe	0.0834	0.0835	0.0830	0.0831	0.0831	0.0833	0.0836	0.0835	0.0826	0.0830	0.0824	0.0831	0.44
Cu	0.0958	0.0972	0.0960	0.0970	0.0952	0.0957	0.0966	0.0974	0.0954	0.0966	0.0967	0.0963	0.74
Cr	0.0946	0.0955	0.0955	0.0951	0.0958	0.0950	0.0956	0.0968	0.0958	0.0947	0.0954	0.0954	0.61
Cd	0.0503	0.0511	0.0501	0.0502	0.0505	0.0506	0.0502	0.0498	0.0499	0.0508	0.0504	0.0504	0.73

表 68 5# 样品精密度

编 号	结果/%											均值 /%	RSD/%
Cr	0.0857	0.0867	0.0851	0.0875	0.0870	0.0872	0.0864	0.0868	0.0884	0.0891	0.0874	0.0870	1.23

3.18 天齐锂业股份有限公司验证报告

表 69 1# 样品精密度

编 号	结果/%											均值 /%	RSD/%
K	0.0036	0.0033	0.0032	0.0034	0.0033	0.0031	0.0031	0.0035	0.0037	0.0034	0.0032	0.0033	5.61
Na	0.0477	0.0482	0.0491	0.0498	0.0477	0.0481	0.0475	0.0482	0.0477	0.0493	0.0484	0.0483	1.48
Ca	0.0081	0.0082	0.0085	0.0086	0.0081	0.0079	0.0079	0.0088	0.0084	0.0087	0.0082	0.0083	3.57
Fe	0.0049	0.0048	0.0050	0.0049	0.0051	0.0049	0.0048	0.0047	0.0052	0.0054	0.0051	0.0050	3.91
Cu	0.0061	0.0062	0.0059	0.0060	0.0059	0.0061	0.0060	0.0061	0.0063	0.0064	0.0058	0.0061	2.82
Cr	0.0031	0.0029	0.0030	0.0031	0.0031	0.0029	0.0028	0.0030	0.0030	0.0032	0.0033	0.0030	4.50
Cd	0.0018	0.0019	0.0021	0.0020	0.0018	0.0019	0.0018	0.0021	0.0022	0.0019	0.0019	0.0019	6.71
Pb	0.0047	0.0049	0.0048	0.0048	0.0047	0.0048	0.0046	0.0049	0.0048	0.0047	0.0046	0.0048	2.08
Si	0.0225	0.0223	0.0217	0.0216	0.0222	0.0211	0.0220	0.0217	0.0221	0.0219	0.0223	0.0219	1.74

表 70 2# 样品精密度

编 号	结果/%											均值 /%	RSD/%
K	0.0121	0.0122	0.0118	0.0116	0.0115	0.0119	0.0119	0.0123	0.0122	0.0124	0.0118	0.0120	2.31
Na	0.0111	0.0105	0.0117	0.0112	0.0113	0.0109	0.0108	0.0118	0.0112	0.0115	0.0117	0.0112	3.48
Ca	0.0115	0.0109	0.0113	0.0118	0.0116	0.0118	0.0114	0.0119	0.0117	0.0109	0.0115	0.0115	2.82
Fe	0.0116	0.0113	0.0111	0.0117	0.0118	0.0112	0.0114	0.0117	0.0109	0.0116	0.0114	0.0114	2.36
Cu	0.0137	0.0146	0.0141	0.0143	0.0139	0.0144	0.0139	0.0145	0.0147	0.0143	0.0145	0.0143	2.16
Cr	0.0102	0.0105	0.0097	0.0099	0.0101	0.0095	0.0097	0.0103	0.0100	0.0098	0.0097	0.0099	2.92
Cd	0.0059	0.0061	0.0062	0.0058	0.0060	0.0061	0.0063	0.0061	0.0060	0.0060	0.0059	0.0060	2.26
Pb	0.0107	0.0105	0.0103	0.0102	0.0101	0.0108	0.0105	0.0107	0.0106	0.0105	0.0104	0.0105	1.99
Si	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/

表 71 3# 样品精密度

编	结果/%											均值	RSD/%
---	------	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	----	-------

号													/%
K	0.0449	0.0441	0.0442	0.0448	0.0443	0.0455	0.0443	0.0442	0.0441	0.0440	0.0447	0.0445	0.98
Na	0.0745	0.0732	0.0743	0.0721	0.0762	0.0729	0.0749	0.0752	0.0731	0.0738	0.0743	0.0740	1.51
Ca	0.0462	0.0451	0.0476	0.0449	0.0451	0.0457	0.0455	0.0452	0.0461	0.0467	0.0461	0.0458	1.71
Fe	0.0457	0.0431	0.0452	0.0446	0.0449	0.0439	0.0449	0.0451	0.0446	0.0441	0.0451	0.0447	1.54
Cu	0.0513	0.0525	0.0518	0.0522	0.0519	0.0526	0.0515	0.0519	0.0522	0.0518	0.0516	0.0519	0.74
Cr	0.0516	0.0501	0.0513	0.0507	0.0505	0.0493	0.0505	0.0511	0.0498	0.0507	0.0509	0.0506	1.26
Cd	0.0258	0.0269	0.0272	0.0261	0.0277	0.0253	0.0265	0.0266	0.0263	0.0264	0.0265	0.0265	2.34
Pb	0.0553	0.0532	0.0548	0.0537	0.0549	0.0536	0.0541	0.0538	0.0535	0.0544	0.0538	0.0541	1.17
Si	0.0612	0.0608	0.0624	0.0618	0.0621	0.0629	0.0622	0.0619	0.0617	0.0620	0.0614	0.0619	0.89

表 72 4# 样品精密度

编 号													均值 /%	RSD/%
K	0.0843	0.0859	0.0861	0.0866	0.0852	0.0868	0.0848	0.0853	0.0842	0.0861	0.0857	0.0855	0.97	
Na	0.0682	0.0708	0.0721	0.0683	0.0679	0.0694	0.0692	0.0711	0.0687	0.0691	0.0709	0.0696	1.91	
Ca	0.0846	0.0823	0.0841	0.0827	0.0837	0.0849	0.0825	0.0841	0.0832	0.0836	0.0845	0.0837	1.01	
Fe	0.0832	0.0827	0.0845	0.0825	0.0837	0.0846	0.0836	0.0841	0.0826	0.0837	0.0827	0.0834	0.87	
Cu	0.0967	0.0952	0.0955	0.0978	0.0963	0.0969	0.0958	0.0961	0.0954	0.0965	0.0966	0.0963	0.76	
Cr	0.0966	0.0951	0.0964	0.0946	0.0952	0.0949	0.0957	0.0964	0.0942	0.0949	0.0953	0.0954	0.79	
Cd	0.0483	0.0492	0.0489	0.0491	0.0498	0.0501	0.0487	0.0505	0.0492	0.0493	0.0491	0.0493	1.22	
Pb	0.0921	0.0932	0.0917	0.0943	0.0917	0.0921	0.0931	0.0922	0.0937	0.0935	0.0922	0.0927	0.91	
Si	0.0296	0.0267	0.0274	0.0288	0.0271	0.0283	0.0283	0.0287	0.0276	0.0270	0.0275	0.0279	3.07	

表 73 5# 样品精密度

编 号													均值 /%	RSD/%
Cd	0.0872	0.0851	0.0842	0.0866	0.0887	0.0853	0.0853	0.0866	0.0862	0.0871	0.0875	0.0863	1.43	

3.19 广东佳纳能源科技有限公司验证报告

表 74 1# 样品精密度

编 号													均值 /%	RSD/%
K	0.0031	0.0033	0.0029	0.0032	0.0035	0.0029	0.0033	0.0031	0.0033	0.0032	0.0033	0.0032	5.42	
Na	0.0476	0.0476	0.0473	0.0462	0.0467	0.0471	0.0475	0.0477	0.0473	0.0463	0.0469	0.0471	1.06	
Ca	0.0084	0.0084	0.0083	0.0087	0.0081	0.0078	0.0086	0.0085	0.0083	0.0079	0.0081	0.0083	3.25	
Fe	0.0052	0.0052	0.0050	0.0053	0.0049	0.0048	0.0051	0.0054	0.0052	0.0053	0.0049	0.0051	3.61	
Cu	0.0054	0.0053	0.0055	0.0055	0.0057	0.0056	0.0054	0.0055	0.0054	0.0054	0.0056	0.0055	2.03	
Cr	0.0034	0.0035	0.0033	0.0034	0.0035	0.0031	0.0032	0.0034	0.0033	0.0032	0.0033	0.0033	3.65	
Cd	0.0020	0.0020	0.0021	0.0021	0.0019	0.0021	0.0021	0.0021	0.0020	0.0021	0.0021	0.0021	3.19	
Pb	0.0039	0.0041	0.0038	0.0043	0.0039	0.0041	0.0043	0.0039	0.0042	0.0041	0.0041	0.0041	3.96	
Si	0.0223	0.0219	0.0237	0.0231	0.0225	0.0233	0.0235	0.0223	0.0228	0.0231	0.0236	0.0229	2.50	

表 75 2# 样品精密度

编号	结果/%											均值 /%	RSD/%
K	0.0103	0.0109	0.0112	0.0116	0.0108	0.0104	0.0105	0.0106	0.0111	0.0109	0.0108	0.0108	3.34
Na	0.0109	0.0110	0.0107	0.0102	0.0105	0.0106	0.0111	0.0108	0.0111	0.0104	0.0105	0.0107	2.65
Ca	0.0132	0.0131	0.0128	0.0126	0.0127	0.0122	0.0123	0.0123	0.0127	0.0126	0.0128	0.0127	2.39
Fe	0.0126	0.0131	0.0123	0.0121	0.0122	0.0122	0.0126	0.0124	0.0125	0.0121	0.0123	0.0124	2.25
Cu	0.0139	0.0139	0.0137	0.0138	0.0141	0.0142	0.0138	0.0141	0.0136	0.0137	0.0136	0.0139	1.42
Cr	0.0107	0.0101	0.0103	0.0104	0.0109	0.0102	0.0103	0.0106	0.0103	0.0108	0.0107	0.0105	2.43
Cd	0.0063	0.0063	0.0059	0.0061	0.0062	0.0059	0.0062	0.0062	0.0061	0.0059	0.0061	0.0061	2.36
Pb	0.0092	0.0092	0.0095	0.0096	0.0101	0.0099	0.0093	0.0095	0.0098	0.0095	0.0097	0.0096	2.86
Si	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/

表 76 3# 样品精密度

编号	结果/%											均值 /%	RSD/%
K	0.0430	0.0426	0.0439	0.0443	0.0433	0.0436	0.0441	0.0439	0.0441	0.0435	0.0433	0.0436	1.14
Na	0.0748	0.0744	0.0733	0.0726	0.0724	0.0728	0.0736	0.0737	0.0732	0.0743	0.0725	0.0734	1.07
Ca	0.0485	0.0479	0.0484	0.0486	0.0471	0.0470	0.0468	0.0473	0.0468	0.0469	0.0472	0.0475	1.43
Fe	0.0478	0.0471	0.0467	0.0471	0.0472	0.0463	0.0457	0.0465	0.0466	0.0459	0.0463	0.0467	1.25
Cu	0.0510	0.0504	0.0517	0.0516	0.0519	0.0511	0.0516	0.0505	0.0518	0.0515	0.0513	0.0513	0.94
Cr	0.0518	0.0511	0.0527	0.0514	0.0513	0.0516	0.0509	0.0503	0.0515	0.0519	0.0502	0.0513	1.33
Cd	0.0268	0.0265	0.0277	0.0264	0.0268	0.0271	0.0266	0.0271	0.0267	0.0269	0.0266	0.0268	1.29
Pb	0.0544	0.0544	0.0531	0.0526	0.0537	0.0520	0.0526	0.0543	0.0528	0.0537	0.0523	0.0533	1.57
Si	0.0618	0.0623	0.0610	0.0601	0.0618	0.0636	0.0613	0.0629	0.0635	0.0624	0.0605	0.0619	1.77

表 77 4# 样品精密度

编号	结果/%											均值 /%	RSD/%
K	0.0839	0.0848	0.0836	0.0851	0.0822	0.0843	0.0832	0.0846	0.0852	0.0845	0.0837	0.0841	1.02
Na	0.0676	0.0665	0.0621	0.0663	0.0671	0.0662	0.0657	0.0667	0.0654	0.0659	0.0672	0.0661	2.13
Ca	0.0861	0.0850	0.0879	0.0876	0.0863	0.0862	0.0865	0.0869	0.0852	0.0857	0.0861	0.0863	0.99
Fe	0.0853	0.0840	0.0858	0.0847	0.0843	0.0857	0.0837	0.0834	0.0843	0.0839	0.0835	0.0844	0.96
Cu	0.0944	0.0934	0.0955	0.0954	0.0957	0.0948	0.0957	0.0951	0.0949	0.0952	0.0945	0.0950	0.68
Cr	0.0966	0.0955	0.0957	0.0954	0.0936	0.0954	0.0967	0.0941	0.0961	0.0951	0.0967	0.0955	1.01
Cd	0.0508	0.0501	0.0520	0.0506	0.0507	0.0511	0.0505	0.0503	0.0512	0.0509	0.0513	0.0509	0.99
Pb	0.0961	0.0973	0.0942	0.0948	0.0983	0.0974	0.0963	0.0965	0.0947	0.0954	0.0946	0.0960	1.33
Si	0.0299	0.0292	0.0283	0.0284	0.0276	0.0298	0.0287	0.0279	0.0285	0.0274	0.0281	0.0285	2.75

表 78 5# 样品精密度

编号	结果/%											均值 /%	RSD/%
----	------	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	----------	-------

Cd	0.0888	0.0892	0.0876	0.0879	0.0868	0.0872	0.0873	0.0869	0.0875	0.0883	0.0891	0.0879	0.93
----	--------	--------	--------	--------	--------	--------	--------	--------	--------	--------	--------	--------	------

3.20 贵州省分析测试研究院验证报告

表 79 1# 样品精密度

编号	结果/%												均值 /%	RSD/%
K	0.0031	0.0037	0.0035	0.0033	0.0031	0.0035	0.0034	0.0035	0.0033	0.0031	0.0036	0.0034	5.94	
Na	0.0479	0.0482	0.0476	0.0481	0.0459	0.0472	0.0495	0.0489	0.0483	0.0491	0.0483	0.0481	1.95	
Ca	0.0078	0.0089	0.0079	0.0081	0.0082	0.0077	0.0081	0.0085	0.0082	0.0078	0.0086	0.0082	4.38	
Fe	0.0048	0.0049	0.0043	0.0047	0.0045	0.0049	0.0046	0.0044	0.0047	0.0045	0.0048	0.0046	4.14	
Cu	0.0056	0.0059	0.0061	0.0055	0.0057	0.0058	0.0055	0.0054	0.0058	0.0059	0.0055	0.0057	3.66	
Cr	0.0025	0.0029	0.0028	0.0028	0.0026	0.0025	0.0027	0.0028	0.0025	0.0026	0.0027	0.0027	5.07	
Cd	0.0017	0.0018	0.0016	0.0018	0.0017	0.0016	0.0018	0.0016	0.0019	0.0017	0.0016	0.0017	5.83	
Pb	0.0046	0.0049	0.0043	0.0048	0.0045	0.0043	0.0048	0.0047	0.0049	0.0045	0.0044	0.0046	4.67	
Si	0.0202	0.0215	0.0226	0.0214	0.0229	0.0211	0.0219	0.0212	0.0208	0.0207	0.0219	0.0215	3.60	

表 80 2# 样品精密度

编号	结果/%												均值 /%	RSD/%
K	0.0111	0.0117	0.0113	0.0112	0.0114	0.0115	0.0117	0.0112	0.0115	0.0113	0.0116	0.0114	1.73	
Na	0.0115	0.0109	0.0114	0.0111	0.0108	0.0117	0.0113	0.0107	0.0110	0.0113	0.0115	0.0112	2.75	
Ca	0.0118	0.0115	0.0113	0.0112	0.0114	0.0109	0.0108	0.0111	0.0115	0.0108	0.0116	0.0113	2.84	
Fe	0.0115	0.0104	0.0108	0.0109	0.0106	0.0113	0.0105	0.0107	0.0109	0.0103	0.0112	0.0108	3.37	
Cu	0.0132	0.0141	0.0146	0.0135	0.0144	0.0139	0.0137	0.0135	0.0138	0.0144	0.0141	0.0139	3.00	
Cr	0.0095	0.0105	0.0106	0.0096	0.0098	0.0103	0.0099	0.0098	0.0102	0.0105	0.0101	0.0101	3.59	
Cd	0.0056	0.0062	0.0063	0.0063	0.0057	0.0059	0.0058	0.0055	0.0058	0.0061	0.0063	0.0060	4.77	
Pb	0.0095	0.0096	0.0099	0.0105	0.0095	0.0100	0.0094	0.0096	0.0099	0.0101	0.0102	0.0098	3.37	
Si	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	

表 81 3# 样品精密度

编号	结果/%												均值 /%	RSD/%
K	0.0445	0.0459	0.0444	0.0441	0.0445	0.0438	0.0451	0.0449	0.0443	0.0452	0.0446	0.0447	1.24	
Na	0.0729	0.0735	0.0738	0.0722	0.0719	0.0737	0.0731	0.0725	0.0733	0.0729	0.0736	0.0730	0.82	
Ca	0.0462	0.0449	0.0456	0.0471	0.0457	0.0448	0.0453	0.0452	0.0455	0.0458	0.0459	0.0456	1.34	
Fe	0.0441	0.0431	0.0449	0.0425	0.0445	0.0436	0.0432	0.0435	0.0439	0.0441	0.0445	0.0438	1.55	
Cu	0.0522	0.0519	0.0525	0.0518	0.0508	0.0531	0.0529	0.0520	0.0528	0.0511	0.0519	0.0521	1.32	
Cr	0.0492	0.0511	0.0513	0.0499	0.0508	0.0482	0.0505	0.0497	0.0499	0.0502	0.0489	0.0500	1.81	
Cd	0.0256	0.0271	0.0269	0.0261	0.0257	0.0253	0.0268	0.0258	0.0263	0.0269	0.0264	0.0263	2.22	
Pb	0.0531	0.0532	0.0521	0.0519	0.0539	0.0548	0.0525	0.0521	0.0529	0.0535	0.0539	0.0531	1.62	
Si	0.0598	0.0588	0.0592	0.0582	0.0613	0.0628	0.0618	0.0596	0.0599	0.0614	0.0607	0.0603	2.22	

表 82 4# 样品精密度

编号	结果/%											均值 /%	RSD/%
K	0.0846	0.0859	0.0845	0.0853	0.0839	0.0841	0.0837	0.0845	0.0848	0.0857	0.0841	0.0846	0.81
Na	0.0666	0.0679	0.0675	0.0661	0.0677	0.0672	0.0667	0.0669	0.0675	0.0667	0.0671	0.0671	0.77
Ca	0.0825	0.0839	0.0824	0.0833	0.0839	0.0848	0.0841	0.0838	0.0841	0.0832	0.0839	0.0836	0.82
Fe	0.0822	0.0819	0.0832	0.0839	0.0816	0.0828	0.0824	0.0819	0.0824	0.0822	0.0827	0.0825	0.76
Cu	0.0956	0.0969	0.0962	0.0949	0.0946	0.0955	0.0961	0.0963	0.0959	0.0955	0.0967	0.0958	0.70
Cr	0.0966	0.0939	0.0945	0.0962	0.0949	0.0963	0.0947	0.0944	0.0951	0.0957	0.0953	0.0952	0.87
Cd	0.0489	0.0492	0.0498	0.0492	0.0503	0.0495	0.0507	0.0497	0.0499	0.0491	0.0505	0.0497	1.15
Pb	0.0926	0.0919	0.0949	0.0925	0.0931	0.0901	0.0938	0.0933	0.0938	0.0929	0.0945	0.0930	1.35
Si	0.0275	0.0269	0.0281	0.0256	0.0281	0.0267	0.0271	0.0266	0.0274	0.0277	0.0269	0.0271	2.56

表 83 5# 样品精密度

编号	结果/%											均值 /%	RSD/%
Cd	0.0876	0.0856	0.0863	0.0865	0.0859	0.0851	0.0879	0.0858	0.0863	0.0866	0.0871	0.0864	0.93

3.21 南通金通储能动力新材料有限公司验证报告

表 84 1# 样品精密度

编号	结果/%											均值 /%	RSD/%
K	0.0038	0.0034	0.0038	0.0033	0.0035	0.0035	0.0035	0.0036	0.0034	0.0036	0.0035	0.0035	4.22
Na	0.0486	0.0492	0.0485	0.0488	0.0497	0.0486	0.0496	0.0491	0.0489	0.0485	0.0492	0.0490	0.83
Ca	0.0081	0.0084	0.0085	0.0084	0.0084	0.0084	0.0084	0.0086	0.0085	0.0082	0.0083	0.0084	1.59
Fe	0.0025	0.0028	0.0028	0.0027	0.0027	0.0027	0.0028	0.0024	0.0027	0.0024	0.0026	0.0026	5.43
Cu	0.0045	0.0048	0.0048	0.0047	0.0046	0.0047	0.0048	0.0046	0.0042	0.0045	0.0047	0.0046	3.70
Cr	0.0022	0.0025	0.0024	0.0024	0.0024	0.0024	0.0025	0.0024	0.0022	0.0025	0.0023	0.0024	4.32
Cd	0.0020	0.0017	0.0018	0.0018	0.0019	0.0019	0.0018	0.0019	0.0021	0.0018	0.0019	0.0019	5.62
Pb	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/
Si	0.0200	0.0199	0.0199	0.0200	0.0199	0.0189	0.0188	0.0194	0.0214	0.0203	0.0215	0.0200	4.08

表 85 2# 样品精密度

编号	结果/%											均值 /%	RSD/%
K	0.0109	0.0107	0.0118	0.0112	0.0103	0.0105	0.0101	0.0105	0.0103	0.0107	0.0105	0.0107	4.28
Na	0.0119	0.0125	0.0124	0.0118	0.0127	0.0124	0.0125	0.0124	0.0126	0.0121	0.0125	0.0123	2.22
Ca	0.0127	0.0129	0.0130	0.0129	0.0130	0.0130	0.0131	0.0129	0.0128	0.0133	0.0131	0.0130	1.19
Fe	0.0098	0.0107	0.0105	0.0104	0.0104	0.0103	0.0105	0.0102	0.0104	0.0101	0.0098	0.0103	2.65
Cu	0.0124	0.0133	0.0132	0.0131	0.0130	0.0130	0.0131	0.0132	0.0129	0.0128	0.0131	0.0130	1.81
Cr	0.0091	0.0097	0.0095	0.0095	0.0095	0.0094	0.0095	0.0094	0.0097	0.0096	0.0095	0.0095	1.65
Cd	0.0061	0.0054	0.0056	0.0057	0.0057	0.0058	0.0054	0.0061	0.0058	0.0056	0.0061	0.0058	4.28

Pb	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/
Si	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/

表 86 3# 样品精密度

编号	结果/%												均值 /%	RSD/%
K	0.0490	0.0487	0.0474	0.0487	0.0487	0.0485	0.0482	0.0485	0.0491	0.0489	0.0487	0.0486	0.91	
Na	0.0760	0.0770	0.0767	0.0759	0.0775	0.0770	0.0771	0.0775	0.0769	0.0768	0.0771	0.0769	0.64	
Ca	0.0513	0.0512	0.0518	0.0521	0.0519	0.0519	0.0518	0.0516	0.0511	0.0521	0.0525	0.0518	0.78	
Fe	0.0447	0.0474	0.0467	0.0468	0.0459	0.0461	0.0458	0.0469	0.0452	0.0439	0.0458	0.0459	2.15	
Cu	0.0489	0.0529	0.0519	0.0518	0.0514	0.0514	0.0516	0.0520	0.0524	0.0521	0.0518	0.0517	1.87	
Cr	0.0483	0.0508	0.0502	0.0499	0.0497	0.0497	0.0492	0.0503	0.0508	0.0498	0.0495	0.0498	1.37	
Cd	0.0270	0.0242	0.0250	0.0253	0.0255	0.0257	0.0251	0.0255	0.0249	0.0245	0.0251	0.0253	2.75	
Pb	0.0480	0.0508	0.0492	0.0491	0.0480	0.0484	0.0481	0.0492	0.0486	0.0482	0.0491	0.0488	1.61	
Si	0.0476	0.0471	0.0504	0.0468	0.0469	0.0488	0.0476	0.0499	0.0489	0.0466	0.0480	0.0481	2.55	

表 87 4# 样品精密度

编号	结果/%												均值 /%	RSD/%
K	0.0846	0.0859	0.0845	0.0853	0.0839	0.0841	0.0837	0.0845	0.0848	0.0857	0.0841	0.0846	0.81	
Na	0.0682	0.0696	0.0693	0.0692	0.0682	0.0695	0.0685	0.0691	0.0675	0.0692	0.0689	0.0688	0.91	
Ca	0.0900	0.0920	0.0923	0.0924	0.0921	0.0916	0.0931	0.0925	0.0914	0.0932	0.0918	0.0920	0.91	
Fe	0.0888	0.0887	0.0885	0.0883	0.0887	0.0883	0.0886	0.0889	0.0879	0.0891	0.0879	0.0885	0.42	
Cu	0.0927	0.1001	0.0983	0.0979	0.0976	0.0968	0.0984	0.0983	0.0979	0.0986	0.0975	0.0976	1.79	
Cr	0.0919	0.0964	0.0955	0.0950	0.0949	0.0943	0.0956	0.0946	0.0951	0.0964	0.0921	0.0947	1.50	
Cd	0.0518	0.0467	0.0481	0.0485	0.0492	0.0494	0.0511	0.0487	0.0498	0.0486	0.0497	0.0492	2.71	
Pb	0.0936	0.0984	0.0981	0.0974	0.0971	0.0974	0.0981	0.0978	0.0982	0.0976	0.0985	0.0975	1.33	
Si	0.0231	0.0242	0.0246	0.0245	0.0247	0.0225	0.0230	0.0235	0.0237	0.0235	0.0236	0.0237	2.86	

表 88 5# 样品精密度

编号	结果/%												均值 /%	RSD/%
Cd	0.0898	0.0823	0.0841	0.0847	0.0858	0.0863	0.0892	0.0887	0.0869	0.0875	0.0879	0.0867	2.53	

3.22 紫金矿业集团股份有限公司验证报告

表 89 1# 样品精密度

编号	结果/%												均值 /%	RSD/%
K	0.0037	0.0036	0.0033	0.0037	0.0036	0.0035	0.0034	0.0031	0.0028	0.0034	0.0036	0.0034	7.68	
Na	0.0445	0.0461	0.0403	0.0488	0.0459	0.0444	0.0451	0.0443	0.0450	0.0460	0.0458	0.0451	4.29	
Ca	0.0082	0.0078	0.0077	0.0081	0.0076	0.0080	0.0080	0.0079	0.0077	0.0082	0.0080	0.0079	2.47	
Fe	0.0040	0.0039	0.0041	0.0046	0.0045	0.0046	0.0048	0.0042	0.0046	0.0043	0.0040	0.0043	6.76	

Cu	0.0058	0.0059	0.0057	0.0059	0.0058	0.0059	0.0058	0.0056	0.0055	0.0057	0.0055	0.0057	2.50
Cr	0.0031	0.0031	0.0031	0.0031	0.0031	0.0033	0.0033	0.0032	0.0032	0.0032	0.0032	0.0032	2.36
Cd	0.0014	0.0015	0.0014	0.0015	0.0015	0.0017	0.0016	0.0017	0.0016	0.0016	0.0014	0.0015	6.95
Pb	0.0049	0.0047	0.0049	0.0047	0.0052	0.0048	0.0047	0.0045	0.0046	0.0044	0.0050	0.0048	4.59
Si	0.0200	0.0199	0.0199	0.0200	0.0199	0.0189	0.0188	0.0194	0.0214	0.0203	0.0215	0.0200	4.08

表 90 2# 样品精密度

编号	结果/%												均值 /%	RSD/%
K	0.0109	0.0116	0.0110	0.0113	0.0115	0.0121	0.0112	0.0104	0.0118	0.0121	0.0119	0.0114	4.48	
Na	0.0135	0.0144	0.0118	0.0108	0.0107	0.0098	0.0104	0.0116	0.0099	0.0104	0.0105	0.0113	12.52	
Ca	0.0117	0.0115	0.0118	0.0119	0.0118	0.0122	0.0116	0.0115	0.0117	0.0118	0.0118	0.0118	1.60	
Fe	0.0116	0.0113	0.0113	0.0113	0.0108	0.0116	0.0116	0.0113	0.0117	0.0118	0.0113	0.0114	2.33	
Cu	0.0134	0.0141	0.0139	0.0137	0.0134	0.0140	0.0138	0.0138	0.0139	0.0139	0.0136	0.0138	1.58	
Cr	0.0098	0.0103	0.0104	0.0100	0.0095	0.0105	0.0105	0.0105	0.0105	0.0106	0.0107	0.0103	3.46	
Cd	0.0056	0.0056	0.0054	0.0054	0.0055	0.0056	0.0057	0.0057	0.0056	0.0055	0.0054	0.0055	1.94	
Pb	0.0097	0.0094	0.0092	0.0097	0.0094	0.0099	0.0095	0.0097	0.0094	0.0092	0.0095	0.0095	2.22	
Si	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	

表 91 3# 样品精密度

编号	结果/%												均值 /%	RSD/%
K	0.0460	0.0462	0.0474	0.0471	0.0459	0.0470	0.0476	0.0472	0.0472	0.0472	0.0461	0.0468	1.27	
Na	0.0698	0.0702	0.0703	0.0737	0.0703	0.0689	0.0710	0.0685	0.0699	0.0695	0.0713	0.0703	1.88	
Ca	0.0459	0.0456	0.0465	0.0443	0.0443	0.0452	0.0457	0.0453	0.0447	0.0448	0.0441	0.0451	1.61	
Fe	0.0465	0.0458	0.0461	0.0452	0.0454	0.0465	0.0466	0.0460	0.0456	0.0468	0.0472	0.0462	1.29	
Cu	0.0506	0.0493	0.0509	0.0503	0.0503	0.0512	0.0511	0.0504	0.0504	0.0520	0.0524	0.0508	1.61	
Cr	0.0505	0.0492	0.0503	0.0497	0.0499	0.0504	0.0502	0.0497	0.0491	0.0501	0.0509	0.0500	1.04	
Cd	0.0264	0.0258	0.0261	0.0260	0.0256	0.0264	0.0262	0.0259	0.0256	0.0261	0.0266	0.0261	1.19	
Pb	0.0515	0.0515	0.0518	0.0508	0.0514	0.0508	0.0516	0.0503	0.0517	0.0499	0.0505	0.0511	1.20	
Si	0.0476	0.0471	0.0504	0.0468	0.0469	0.0488	0.0476	0.0499	0.0489	0.0466	0.0480	0.0481	2.55	

表 92 4# 样品精密度

编号	结果/%												均值 /%	RSD/%
K	0.0852	0.0847	0.0847	0.0837	0.0843	0.0853	0.0859	0.0866	0.0853	0.0862	0.0849	0.0852	0.94	
Na	0.0661	0.0662	0.0643	0.0654	0.0665	0.0647	0.0635	0.0643	0.0651	0.0641	0.0647	0.0650	1.41	
Ca	0.0850	0.0867	0.0859	0.0858	0.0856	0.0870	0.0855	0.0859	0.0855	0.0843	0.0859	0.0857	0.81	
Fe	0.0880	0.0879	0.0863	0.0867	0.0861	0.0878	0.0869	0.0878	0.0881	0.0868	0.0872	0.0872	0.79	
Cu	0.0930	0.0930	0.0919	0.0928	0.0929	0.0952	0.0947	0.0954	0.0950	0.0923	0.0938	0.0936	1.26	
Cr	0.0948	0.0941	0.0946	0.0946	0.0941	0.0950	0.0924	0.0944	0.0925	0.0910	0.0945	0.0938	1.29	
Cd	0.0507	0.0509	0.0501	0.0515	0.0509	0.0518	0.0519	0.0515	0.0517	0.0497	0.0507	0.0510	1.34	
Pb	0.0933	0.0931	0.0946	0.0944	0.0949	0.0946	0.0957	0.0931	0.0932	0.0931	0.0934	0.0939	0.93	
Si	0.0231	0.0242	0.0246	0.0245	0.0247	0.0225	0.0230	0.0235	0.0237	0.0235	0.0236	0.0237	2.86	

表 93 5# 样品精密度

编号	结果/%											均值 /%	RSD/%
Cd	0.0922	0.0927	0.0928	0.0926	0.0917	0.0918	0.0909	0.0906	0.0903	0.0913	0.0914	0.0917	0.89

3.23 浙江华友钴业股份有限公司验证报告

表 94 1# 样品精密度

编号	结果/%											均值 /%	RSD/%
K	0.0020	0.0021	0.0025	0.0025	0.0026	0.0025	0.0025	0.0026	0.0020	0.0023	0.0021	0.0023	9.87
Na	0.0351	0.0350	0.0357	0.0353	0.0359	0.0362	0.0354	0.0355	0.0348	0.0364	0.0341	0.0354	1.77
Ca	0.0081	0.0083	0.0099	0.0090	0.0094	0.0091	0.0090	0.0075	0.0078	0.0080	0.0082	0.0086	8.32
Fe	0.0038	0.0037	0.0044	0.0040	0.0043	0.0041	0.0044	0.0041	0.0041	0.0046	0.0040	0.0041	6.21
Cu	0.0056	0.0055	0.0058	0.0057	0.0056	0.0057	0.0057	0.0056	0.0057	0.0056	0.0056	0.0056	1.39
Cr	0.0034	0.0033	0.0034	0.0034	0.0034	0.0034	0.0034	0.0034	0.0034	0.0034	0.0034	0.0034	0.85
Cd	0.0019	0.0019	0.0019	0.0019	0.0019	0.0019	0.0019	0.0019	0.0019	0.0019	0.0019	0.0019	0.00
Pb	0.0080	0.0082	0.0083	0.0082	0.0083	0.0081	0.0080	0.0080	0.0080	0.0080	0.0082	0.0081	1.47
Si	0.0086	0.0087	0.0087	0.0086	0.0087	0.0086	0.0083	0.0085	0.0085	0.0082	/	0.0085	1.90

表 95 2# 样品精密度

编号	结果/%											均值 /%	RSD/%
K	0.0085	0.0084	0.0080	0.0082	0.0080	0.0084	0.0084	0.0084	0.0082	0.0080	0.0080	0.0082	2.32
Na	0.0088	0.0084	0.0085	0.0089	0.0088	0.0084	0.0087	0.0092	0.0083	0.0087	0.0088	0.0087	2.90
Ca	0.0114	0.0118	0.0118	0.0123	0.0123	0.0120	0.0115	0.0118	0.0119	0.0115	0.0116	0.0118	2.46
Fe	0.0102	0.0107	0.0104	0.0103	0.0103	0.0102	0.0103	0.0103	0.0105	0.0104	0.0103	0.0104	1.33
Cu	0.0126	0.0127	0.0125	0.0125	0.0126	0.0126	0.0119	0.0120	0.0126	0.0127	0.0124	0.0125	2.06
Cr	0.0096	0.0099	0.0095	0.0095	0.0095	0.0096	0.0097	0.0097	0.0097	0.0097	0.0097	0.0096	1.20
Cd	0.0054	0.0055	0.0054	0.0054	0.0054	0.0054	0.0054	0.0054	0.0054	0.0054	0.0054	0.0054	0.53
Pb	0.0131	0.0128	0.0129	0.0129	0.0130	0.0130	0.0130	0.0132	0.0132	0.0131	0.0131	0.0130	0.93
Si	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/

表 96 3# 样品精密度

编号	结果/%											均值 /%	RSD/%
K	0.0381	0.0380	0.0384	0.0368	0.0380	0.0374	0.0372	0.0378	0.0377	0.0386	0.0386	0.0379	1.44
Na	0.0589	0.0588	0.0593	0.0571	0.0586	0.0587	0.0585	0.0599	0.0591	0.0592	0.0601	0.0589	1.28
Ca	0.0431	0.0433	0.0432	0.0416	0.0432	0.0423	0.0435	0.0453	0.0434	0.0430	0.0432	0.0432	1.97
Fe	0.0423	0.0427	0.0430	0.0412	0.0429	0.0418	0.0430	0.0431	0.0429	0.0426	0.0431	0.0426	1.36
Cu	0.0458	0.0459	0.0464	0.0452	0.0458	0.0451	0.0462	0.0461	0.0460	0.0456	0.0465	0.0459	0.93
Cr	0.0448	0.0454	0.0456	0.0429	0.0452	0.0444	0.0456	0.0456	0.0454	0.0499	0.0455	0.0455	3.51

Cd	0.0238	0.0240	0.0240	0.0228	0.0240	0.0236	0.0241	0.0241	0.0240	0.0240	0.0240	0.0239	1.51
Pb	0.0529	0.0528	0.0528	0.0530	0.0531	0.0531	0.0533	0.0535	0.0535	0.0534	0.0524	0.0531	0.61
Si	0.0369	0.0378	0.0378	0.0377	0.0373	0.0374	0.0368	0.0379	0.0378	0.0380	0.0380	0.0376	1.08

表 97 4# 样品精密度

编号	结果/%											均值/%	RSD/%
K	0.0658	0.0685	0.0681	0.0677	0.0668	0.0664	0.0685	0.0662	0.0669	0.0692	0.0696	0.0676	1.80
Na	0.0524	0.0537	0.0537	0.0531	0.0535	0.0529	0.0535	0.0520	0.0518	0.0524	0.0548	0.0531	1.59
Ca	0.0799	0.0790	0.0803	0.0794	0.0801	0.0792	0.0786	0.0808	0.0784	0.0799	0.0809	0.0797	1.00
Fe	0.0823	0.0822	0.0820	0.0813	0.0821	0.0818	0.0823	0.0823	0.0815	0.0831	0.0830	0.0822	0.63
Cu	0.0884	0.0856	0.0854	0.0845	0.0848	0.0845	0.0848	0.0842	0.0841	0.0860	0.0863	0.0853	1.40
Cr	0.0829	0.0836	0.0837	0.0829	0.0842	0.0837	0.0846	0.0832	0.0834	0.0843	0.0844	0.0837	0.68
Cd	0.0457	0.0454	0.0456	0.0454	0.0457	0.0454	0.0458	0.0459	0.0457	0.0459	0.0462	0.0457	0.52
Pb	0.0925	0.0939	0.0959	0.0928	0.0960	0.0911	0.0998	0.0928	0.0956	0.0805	0.0909	0.0929	4.98
Si	0.0130	0.0134	0.0139	0.0134	0.0133	0.0128	0.0133	0.0135	0.0128	0.0132	0.0142	0.0133	3.04

表 98 5# 样品精密度

编号	结果/%											均值/%	RSD/%
Cd	0.0819	0.0811	0.0810	0.0809	0.0812	0.0820	0.0818	0.0818	0.0816	0.0812	0.0828	0.0816	0.66

3.24 广东省科学院工业分析检测中心验证报告

表 99 1# 样品精密度

编号	结果/%											均值/%	RSD/%
K	0.0033	0.0030	0.0036	0.0034	0.0039	0.0035	0.0033	0.0037	0.0030	0.0036	0.0032	0.0034	7.96
Na	0.0475	0.0496	0.0458	0.0466	0.0477	0.0452	0.0469	0.0475	0.0488	0.0457	0.0481	0.0472	2.73
Ca	0.0088	0.0074	0.0069	0.0088	0.0083	0.0082	0.0077	0.0072	0.0075	0.0086	0.0074	0.0079	8.15
Fe	0.0045	0.0046	0.0052	0.0047	0.0048	0.0049	0.0048	0.0052	0.0047	0.0046	0.0046	0.0048	4.70
Cu	0.0061	0.0059	0.0058	0.0060	0.0062	0.0058	0.0058	0.0059	0.0061	0.0060	0.0061	0.0060	2.27
Cr	0.0031	0.0030	0.0028	0.0028	0.0031	0.0029	0.0027	0.0028	0.0029	0.0030	0.0029	0.0029	4.26
Cd	0.0019	0.0021	0.0020	0.0019	0.0018	0.0017	0.0022	0.0019	0.0018	0.0020	0.0019	0.0019	7.03
Pb	0.0046	0.0044	0.0046	0.0047	0.0047	0.0046	0.0046	0.0048	0.0047	0.0046	0.0048	0.0046	2.32
Si	0.0204	0.0214	0.0222	0.0228	0.0237	0.0208	0.0215	0.0216	0.0222	0.0218	0.0216	0.0218	3.96

表 100 2# 样品精密度

编号	结果/%											均值/%	RSD/%
----	------	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	------	-------

K	0.0114	0.0118	0.0119	0.0122	0.0122	0.0124	0.0118	0.0124	0.0115	0.0117	0.0123	0.0120	2.84
Na	0.0100	0.0108	0.0122	0.0119	0.0125	0.0114	0.0108	0.0106	0.0103	0.0100	0.0116	0.0111	7.61
Ca	0.0115	0.0108	0.0112	0.0099	0.0095	0.0108	0.0114	0.0112	0.0109	0.0103	0.0107	0.0107	5.55
Fe	0.0105	0.0117	0.0101	0.0109	0.0115	0.0098	0.0113	0.0106	0.0116	0.0101	0.0098	0.0107	6.44
Cu	0.0144	0.0153	0.0142	0.0136	0.0155	0.0138	0.0133	0.0134	0.0136	0.0125	0.0136	0.0139	6.01
Cr	0.0099	0.0100	0.0105	0.0104	0.0100	0.0105	0.0102	0.0099	0.0097	0.0105	0.0104	0.0102	2.86
Cd	0.0058	0.0061	0.0057	0.0059	0.0058	0.0058	0.0059	0.0060	0.0061	0.0057	0.0058	0.0059	2.31
Pb	0.0112	0.0103	0.0100	0.0108	0.0105	0.0105	0.0114	0.0103	0.0107	0.0107	0.0102	0.0106	3.85
Si	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/

表 101 3# 样品精密度

编号	结果/%												均值 /%	RSD/%
K	0.0448	0.0453	0.0447	0.0446	0.0449	0.0444	0.0442	0.0433	0.0447	0.0438	0.0429	0.0443	1.56	
Na	0.0762	0.0733	0.0728	0.0739	0.0744	0.0751	0.0722	0.0776	0.0745	0.0743	0.0771	0.0747	2.19	
Ca	0.0448	0.0432	0.0460	0.0456	0.0468	0.0472	0.0456	0.0455	0.0481	0.0438	0.0470	0.0458	3.06	
Fe	0.0457	0.0441	0.0436	0.0445	0.0456	0.0443	0.0455	0.0428	0.0436	0.0433	0.0445	0.0443	2.09	
Cu	0.0511	0.0525	0.0508	0.0533	0.0522	0.0528	0.0519	0.0526	0.0517	0.0509	0.0507	0.0519	1.65	
Cr	0.0498	0.0504	0.0511	0.0489	0.0485	0.0496	0.0508	0.0510	0.0511	0.0499	0.0502	0.0501	1.68	
Cd	0.0258	0.0266	0.0271	0.0270	0.0255	0.0266	0.0268	0.0254	0.0267	0.0253	0.0261	0.0263	2.42	
Pb	0.0544	0.0537	0.0533	0.0536	0.0520	0.0518	0.0533	0.0546	0.0544	0.0523	0.0528	0.0533	1.75	
Si	0.0598	0.0604	0.0599	0.0625	0.0613	0.0613	0.0625	0.0607	0.0602	0.0611	0.0616	0.0610	1.46	

表 102 4# 样品精密度

编号	结果/%												均值 /%	RSD/%
K	0.0835	0.0853	0.0844	0.0849	0.0829	0.0861	0.0822	0.0826	0.0834	0.0837	0.0838	0.0839	1.35	
Na	0.0662	0.0659	0.0668	0.0671	0.0678	0.0683	0.0663	0.0675	0.0669	0.0664	0.0656	0.0668	1.18	
Ca	0.0854	0.0844	0.0851	0.0832	0.0825	0.0845	0.0866	0.0827	0.0853	0.0867	0.0836	0.0845	1.63	
Fe	0.0833	0.0827	0.0826	0.0841	0.0819	0.0822	0.0811	0.0844	0.0825	0.0839	0.0835	0.0829	1.16	
Cu	0.0960	0.0978	0.0954	0.0948	0.0969	0.0973	0.0983	0.0952	0.0947	0.0993	0.0982	0.0967	1.57	
Cr	0.0955	0.0987	0.0961	0.0976	0.0955	0.0988	0.0941	0.0955	0.0947	0.0950	0.0936	0.0959	1.73	
Cd	0.0501	0.0489	0.0492	0.0503	0.0511	0.0502	0.0507	0.0509	0.0498	0.0505	0.0500	0.0502	1.28	
Pb	0.0924	0.0928	0.0936	0.0913	0.0911	0.0922	0.0935	0.0936	0.0928	0.0915	0.0922	0.0925	0.93	
Si	0.0259	0.0281	0.0277	0.0245	0.0256	0.0283	0.0244	0.0238	0.0251	0.0242	0.0263	0.0258	5.97	

表 103 5# 样品精密度

编号	结果/%												均值 /%	RSD/%
Cd	0.0844	0.0849	0.0851	0.0866	0.0865	0.0868	0.0855	0.0853	0.0855	0.0849	0.0866	0.0856	0.93	

3.25 江西省锂电产品质量监督检验中心验证报告

表 104 1# 样品精密度

编号	结果/%												均值 /%	RSD/%
----	------	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	----------	-------

号													/%
K	0.0032	0.0031	0.0031	0.0034	0.0030	0.0033	0.0034	0.0036	0.0035	0.0035	0.0030	0.0033	6.09
Na	0.0475	0.0482	0.0479	0.0488	0.0472	0.0476	0.0501	0.0484	0.0472	0.0465	0.0474	0.0479	2.03
Ca	0.0088	0.0094	0.0087	0.0086	0.0091	0.0084	0.0084	0.0086	0.0084	0.0087	0.0079	0.0086	4.34
Fe	0.0049	0.0047	0.0045	0.0044	0.0049	0.0046	0.0047	0.0048	0.0043	0.0047	0.0043	0.0046	4.48
Cu	0.0055	0.0059	0.0057	0.0060	0.0058	0.0059	0.0059	0.0059	0.0058	0.0057	0.0058	0.0058	2.26
Cr	0.0034	0.0031	0.0033	0.0036	0.0029	0.0032	0.0030	0.0031	0.0032	0.0027	0.0034	0.0032	7.61
Cd	0.0019	0.0018	0.0020	0.0020	0.0021	0.0020	0.0019	0.0019	0.0020	0.0019	0.0018	0.0019	4.55
Pb	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/
Si	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/

表 105 2# 样品精密度

编号	结果/%												均值 /%	RSD/%
K	0.0117	0.0124	0.0116	0.0109	0.0119	0.0113	0.0118	0.0109	0.0116	0.0120	0.0113	0.0116	3.86	
Na	0.0125	0.0118	0.0114	0.0110	0.0115	0.0112	0.0120	0.0117	0.0114	0.0118	0.0120	0.0116	3.64	
Ca	0.0104	0.0109	0.0113	0.0108	0.0108	0.0114	0.0107	0.0119	0.0112	0.0110	0.0107	0.0110	3.60	
Fe	0.0114	0.0118	0.0114	0.0110	0.0115	0.0112	0.0120	0.0117	0.0114	0.0118	0.0114	0.0115	2.61	
Cu	0.0140	0.0147	0.0139	0.0140	0.0143	0.0149	0.0140	0.0148	0.0148	0.0149	0.0144	0.0144	2.68	
Cr	0.0099	0.0104	0.0097	0.0099	0.0103	0.0099	0.0096	0.0096	0.0101	0.0096	0.0097	0.0099	2.72	
Cd	0.0057	0.0062	0.0059	0.0056	0.0062	0.0056	0.0059	0.0056	0.0059	0.0056	0.0059	0.0058	3.74	
Pb	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	
Si	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	

表 106 3# 样品精密度

编号	结果/%												均值 /%	RSD/%
K	0.0442	0.0440	0.0432	0.0439	0.0445	0.0448	0.0436	0.0442	0.0448	0.0451	0.0449	0.0443	1.34	
Na	0.0734	0.0738	0.0711	0.0760	0.0740	0.0719	0.0723	0.0731	0.0756	0.0724	0.0786	0.0738	2.94	
Ca	0.0444	0.0460	0.0444	0.0443	0.0449	0.0464	0.0433	0.0470	0.0460	0.0462	0.0460	0.0454	2.41	
Fe	0.0446	0.0427	0.0430	0.0440	0.0451	0.0444	0.0432	0.0445	0.0434	0.0447	0.0436	0.0439	1.81	
Cu	0.0502	0.0523	0.0496	0.0519	0.0501	0.0530	0.0515	0.0514	0.0511	0.0523	0.0508	0.0513	1.96	
Cr	0.0502	0.0507	0.0500	0.0525	0.0519	0.0502	0.0516	0.0508	0.0512	0.0492	0.0495	0.0507	1.92	
Cd	0.0278	0.0272	0.0263	0.0253	0.0265	0.0266	0.0268	0.0266	0.0266	0.0275	0.0253	0.0266	2.81	
Pb	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	
Si	0.0443	0.0440	0.0441	0.0439	0.0427	0.0442	0.0425	0.0416	0.0423	0.0405	0.0412	0.0428	3.00	

表 107 4# 样品精密度

编号	结果/%												均值 /%	RSD/%
----	------	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	----------	-------

K	0.0859	0.0862	0.0884	0.0850	0.0849	0.0842	0.0874	0.0862	0.0889	0.0856	0.0889	0.0865	1.92
Na	0.0689	0.0662	0.0714	0.0674	0.0694	0.0676	0.0686	0.0677	0.0670	0.0664	0.0672	0.0680	2.22
Ca	0.0766	0.0763	0.0800	0.0730	0.0727	0.0716	0.0771	0.0706	0.0722	0.0742	0.0727	0.0743	3.67
Fe	0.0836	0.0841	0.0830	0.0832	0.0832	0.0825	0.0836	0.0833	0.0817	0.0825	0.0818	0.0830	0.91
Cu	0.0965	0.0976	0.0956	0.0941	0.0927	0.0947	0.0935	0.0931	0.0927	0.0936	0.0936	0.0943	1.62
Cr	0.0966	0.0961	0.0938	0.0945	0.0970	0.0965	0.0941	0.0947	0.0929	0.0926	0.0923	0.0946	1.71
Cd	0.0512	0.0508	0.0511	0.0479	0.0506	0.0495	0.0496	0.0490	0.0491	0.0507	0.0506	0.0500	2.01
Pb	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/
Si	0.0162	0.0165	0.0182	0.0171	0.0169	0.0169	0.0176	0.0173	0.0163	0.0171	0.0166	0.0170	3.31

表 108 5# 样品精密度

编 号	结果/%												均值 /%	RSD/%
Cd	0.0840	0.0878	0.0897	0.0871	0.0884	0.0873	0.0868	0.0891	0.0882	0.0834	0.0841	0.0869	2.36	

3.26 数据处理

3.26.1 钾数据处理

格拉布斯检验：对 $p=19$ ，格拉布斯检验 5%临界值为 2.681，1%临界值为 2.968。检验结果见下表。格拉布斯检验的结果见下表，水平 1、水平 3 和水平 4 的最小值为离群值，予以剔除。

表 109 格拉布斯检验统计

水平	1	2	3	4
均值最大值	0.00423	0.0125	0.0486	0.0894
均值最小值	0.00133	0.00823	0.0379	0.0676
均值	0.00325	0.0112	0.0447	0.0843
s	0.000592	0.00113	0.002265	0.00445
Gmax	1.648	1.167	1.702	1.149
歧离值 (Y/N)	N	N	N	N
离群值 (Y/N)	N	N	N	N
Gmin	3.239	2.603	3.026	3.741
歧离值 (Y/N)	Y	N	Y	Y
离群值 (Y/N)	Y	N	Y	Y

剔除后再次进行格拉布斯检验，对 $p=19$ ，格拉布斯检验 5%临界值为 2.651，1%临界值为 2.932 结果见下表，表明无异常值。

表 110 格拉布斯检验统计

水平	1	2	3	4
均值最大值	0.00423		0.0486	0.0894
均值最小值	0.00234		0.0432	0.0804
均值	0.00336		0.0451	0.0852
s	0.000367		0.00154	0.00189

Gmax	2.366		2.254	2.220
歧离值 (Y/N)	N		N	N
离群值 (Y/N)	N		N	N
Gmin	2.781		1.213	2.547
歧离值 (Y/N)	Y		N	N
离群值 (Y/N)	N		N	N

钾元素重复性限和再现性限计算见下表。

表 110 钾元素重复性限和再现性限计算表

单位	水平 1			水平 2			水平 3			水平 4		
	平均值	标准差	次数	平均值	标准差	次数	平均值	标准差	次数	平均值	标准差	次数
广东邦普	0.0034	0.00022	11	0.0119	0.00023	11	0.0448	0.00064	11	0.0853	0.00078	11
国合青岛	0.0033	0.00017	11	0.0114	0.00037	11	0.0470	0.00132	11	0.0865	0.00066	11
盟固利	0.0033	0.00022	11	0.0115	0.00021	11	0.0462	0.00069	11	0.0870	0.00078	11
金川	0.0038	0.00024	11	0.0125	0.00044	11	0.0482	0.00087	11	0.0894	0.00151	11
清远佳致	0.0034	0.00021	11	0.0113	0.00023	11	0.0442	0.00049	11	0.0846	0.00087	11
当升	0.0029	0.00019	11	0.0110	0.00015	11	0.0438	0.00032	11	0.0820	0.00069	11
华友新能源	/	/	/	0.00855	0.000178	11	0.0432	0.00043	11	0.0804	0.00192	11
杉杉	0.0042	0.00014	11	0.0101	0.00036	11	0.0434	0.000205	11	0.0851	0.00128	11
深圳清华	0.0036	0.00023	11	0.0120	0.00018	11	0.0445	0.00097	11	0.0854	0.00132	11
长远锂科	0.0034	0.00024	11	0.0121	0.00023	11	0.0450	0.00031	11	0.0855	0.00052	11
北矿检测	0.0032	0.00019	11	0.0118	0.00025	11	0.0445	0.00052	11	0.0856	0.00058	11
天齐锂业	0.0033	0.00019	11	0.0120	0.00028	11	0.0445	0.00044	11	0.0855	0.00083	11
广东佳纳	0.0032	0.00017	11	0.0108	0.00036	11	0.0436	0.00050	11	0.0841	0.00085	11
贵州分析	0.0034	0.00020	11	0.0114	0.00020	11	0.0447	0.00056	11	0.0846	0.00069	11
南通金通	0.0035	0.00015	11	0.0107	0.00046	11	0.0486	0.00044	11	0.0867	0.00110	11
紫金矿业	0.0034	0.00026	11	0.0114	0.00051	11	0.0468	0.00060	11	0.0852	0.00080	11
广州院	0.0034	0.00027	11	0.0120	0.00034	11	0.0443	0.00069	11	0.0839	0.00113	11

江西锂电	0.0033	0.00020	11	0.0116	0.00044	11	0.0443	0.00057	11	0.0865	0.00158	11
浙江华友	0.00234	0.00023	11	0.00823	0.00019	11	/	/	/	/	/	/
平均值	0.003358081			0.011177517			0.045107677			0.085192172		
T ₁	0.6649			2.336101			8.93132			16.86805		
T ₂	0.002259515			0.026366145			0.403341516			1.437730722		
T ₃	198			209			198			198		
T ₄	2178			2299			2178			2178		
T ₅	7.95868E-06			1.86579E-05			0.000115346			0.000203024		
S ²	4.44619E-08			9.81996E-08			6.44391E-07			1.13421E-06		
S _i ²	1.38886E-07			1.2756E-06			2.45703E-06			3.66646E-06		
S _R ²	1.83348E-07			1.3738E-06			3.10143E-06			4.80067E-06		
S _v	0.00021086			0.000313368			0.00080274			0.001064994		
S _R	0.000428191			0.001172094			0.001761087			0.002191044		
r	0.000590408			0.000877431			0.002247671			0.002981984		
R	0.001198936			0.003281863			0.004931042			0.006134923		

由于水平 1 多个实验室的极差达到 0.008，故建议将水平 1 的重复性由 0.006 调至 0.008。水平 2 多个实验室的极差大于 0.001，故将水平 2 的重复性限由 0.001 调至 0.002。由于水平 2、3、4 的再现性限较接近，建议将水平 3 的重复性限由 0.005 调至 0.006，水平 4 由 0.007 调至 0.008，具体见下表。

表 111 重复性限和再现性限

$\omega/\%$	0.0034	0.011	0.045	0.085
$r/\%$	0.0008	0.002	0.003	0.004
$R/\%$	0.0012	0.004	0.006	0.008

3.26.2 钠数据处理

由于水平 3 和水平 4 数据较接近，因此决定舍弃水平 4。由于浙江华友钴业股份有限公司数据明显偏小，判断为离群是实验室，予以剔除。

格拉布斯检验：对 $p=18$ ，格拉布斯检验 5%临界值为 2.651，1%临界值为 2.932。

表 112 格拉布斯检验统计

水平	1	2	3
均值最大值	0.0494	0.0133	0.0769
均值最小值	0.0397	0.0096	0.0653
均值	0.0468	0.0112	0.0730
s	0.00242	0.00075	0.00270
G _{max}	1.078	0.250	1.489
歧离值 (Y/N)	N	N	N
离群值 (Y/N)	N	N	N

Gmin	3.008	0.19	2.931
歧离值 (Y/N)	Y	N	Y
离群值 (Y/N)	Y	N	N

格拉布斯检验的结果表明，各水平均存在异常值。水平 1 的最小值为离群值，水平 3 存在歧离值，将水平 1 的异常值剔除，水平 3 保留。重新计算检验结果无异常。

对数据进行柯克伦检验，水平 1 和水平 2 存在离群值，将异常值予以保留。

元素重复性限和再现性限计算见下表。

表 113 钠元素重复性限和再现性限计算表

单位	水平 1			水平 2			水平 3		
	平均值	标准差	次数	平均值	标准差	次数	平均值	标准差	次数
广东邦普	0.0479	0.00098	11	0.0110	0.00032	11	0.0735	0.00227	11
国合青岛	0.0482	0.00094	11	0.0111	0.00059	11	0.0747	0.00170	11
盟固利	0.0469	0.00094	11	0.0107	0.00032	11	0.0757	0.00234	11
金川	0.0494	0.00062	11	0.0133	0.00040	11	0.0721	0.00106	11
清远佳致	0.0476	0.00067	11	0.0108	0.00033	11	0.0734	0.00113	11
当升	0.0431	0.00040	11	0.0096	0.00038	11	0.0727	0.00106	11
华友新能源				0.104	0.00015	11	0.0653	0.00086	11
杉杉	0.0438	0.00053	11	0.0107	0.00021	11	0.0683	0.00048	11
深圳清华	0.0470	0.00085	11	0.0113	0.00032	11	0.0730	0.00214	11
长远锂科	0.0480	0.00063	11	0.0113	0.00033	11	0.0745	0.00140	11
北矿检测	0.0483	0.00056	11	0.0113	0.00027	11	0.0740	0.00077	11
天齐锂业	0.0483	0.00072	11	0.0112	0.00039	11	0.0740	0.00112	11
广东佳纳	0.0471	0.00050	11	0.0107	0.00028	11	0.0734	0.00078	11
贵州分析	0.0481	0.00094	11	0.0112	0.00031	11	0.0730	0.00060	11
南通金通	0.0490	0.00041	11	0.0123	0.00027	11	0.0769	0.00049	11
紫金矿业	0.0451	0.0019	11	0.0113	0.0014	11	0.0703	0.00133	11
广州院	0.0472	0.00129	11	0.0111	0.00084	11	0.0747	0.00163	11
江西锂电	0.0479	0.00093	11	0.0117	0.00040	11	0.0738	0.00207	11
浙江华友	/	/	/	/	/	/	/	/	/
平均值	0.047231016			0.011171263			0.072961263		
T ₁	8.8322			2.21191			14.44633		
T ₂	0.417667784			0.024822054			1.055383312		
T ₃	187			198			198		
T ₄	2057			2178			2178		
T ₅	0.000135033			4.57004E-05			0.000362565		
S _r ²	8.03768E-07			2.5531E-07			2.0255E-06		
S _i ²	2.84741E-06			5.7693E-07			7.09305E-06		
S _R ²	3.65117E-06			8.32239E-07			9.11856E-06		
S _r	0.000896531			0.000505282			0.001423201		
S _R	0.001910805			0.000912272			0.003019695		
r	0.002510287			0.001414789			0.003984964		
R	0.005350253			0.00255436			0.008455146		

由于水平 3 重复性限值较小，而多个实验室的极差值大于 0.004，因此将水平 3 的重复性限从 0.004 调至 0.005。具体见下表。

表 114 重复性限和再现性限

$\omega/\%$	0.011	0.047	0.073
$r/\%$	0.002	0.003	0.005
$R/\%$	0.003	0.006	0.009

3.2.6.3 钙数据处理

由于华友新能源（衢州）有限公司水平 1 检测结果与其他实验室差距较大，因此判断为离群实验室，予以剔除。

对数据进行柯克伦检验，水平 4 存在离群值，水平 2 和水平 3 存在歧离值，将异常值予以剔除后，再次检验无异常值。

格拉布斯检验：对 $p=19$ ，格拉布斯检验 5%临界值为 2.968，1%临界值为 2.681。对 $p=18$ ，格拉布斯检验 5%临界值为 2.932，1%临界值为 2.651。检验结果见下表。

表 115 格拉布斯检验统计

水平	1 ($p=18$)	2	3	4
均值最大值	0.0086	0.0132	0.0518	0.0920
均值最小值	0.0076	0.0105	0.0430	0.0797
均值	0.0082	0.0116	0.0461	0.0845
s	0.00028	0.000713	0.00187	0.00356
Gmax	1.509	2.114	2.974	2.130
歧离值 (Y/N)	N	N	Y	N
离群值 (Y/N)	N	N	Y	N
Gmin	2.367	1.603	1.688	2.863
歧离值 (Y/N)	N	N	N	Y
离群值 (Y/N)	N	N	N	N

格拉布斯检验的结果表明，水平 3 的最大值存在离群值，无异常值。水平 4 的最大值存在歧离值，予以剔除。剔除后重新进行格拉布斯检验。

钙元素重复性限和再现性限计算见下表。

表 116 钙元素重复性限和再现性限计算表

单位	水平 1			水平 2			水平 3			水平 4		
	平均值	标准差	次数									
广东邦普	0.0081	0.00035	11	0.0115	0.00018	11	0.0458	0.00068	11	0.0841	0.00091	11
国合青岛	0.0086	0.00042	11	0.0112	0.00045	11	0.0466	0.00065	11	0.0861	0.00141	11
盟固利	0.0079	0.00035	11	0.0112	0.00014	11	0.0472	0.00068	11	0.0858	0.00093	11
金川	0.0083	0.00028	11	0.0120	0.00027	11	0.0464	0.00044	11	0.0852	0.00098	11
清远	0.0082	0.00033	11	0.0120	0.00034	11	0.0468	0.00058	11	0.0855	0.00090	11

佳致												
当升	0.0076	0.00035	11	0.0109	0.00021	11	0.0450	0.00044	11	0.0840	0.00124	11
华友 新能 源	/	/	/	0.0105	0.00037	11	0.0430	0.00131	11	0.0822	0.0026	11
杉杉	0.0082	0.00053	11	0.0132	0.00019	11	0.0485	0.0017	11	0.0894	0.00093	11
深圳 清华	0.0085	0.00035	11	0.0117	0.00020	11	0.0459	0.00090	11	0.0845	0.00085	11
长远 锂科	0.0083	0.00047	11	0.0115	0.00014	11	0.0464	0.00098	11	0.0832	0.00062	11
北矿 检测	0.0082	0.00035	11	0.0119	0.00027	11	0.0457	0.00055	11	0.0848	0.00082	11
天齐 锂业	0.0083	0.00030	11	0.0115	0.00032	11	0.0458	0.00055	11	0.0848	0.00082	11
广东 佳纳	0.0083	0.00027	11	0.0127	0.00030	11	0.0475	0.00068	11	0.0863	0.00085	11
贵州 分析	0.0082	0.00036	11	0.0112	0.00032	11	0.0456	0.00061	11	0.0836	0.00068	11
南通 金通	0.0084	0.00013	11	0.0130	0.00015	11				0.0920	0.00084	11
紫金 矿业	0.0079	0.00020	11	0.0118	0.00019	11	0.0451	0.00073	11	0.0857	0.00070	11
浙江 华友	0.0086	0.00071	11	0.0118	0.00029	11	0.0432	0.00085	11	0.0797	0.00080	11
广州 院	0.0079	0.00064	11	0.0107	0.0006	11	0.0458	0.00140	11	0.0845	0.00138	11
江西 锂电	0.0086	0.00038	11	0.0110	0.00040	11	0.0453	0.00109	11	/	/	/
平均 值	0.008222222			0.011646062			0.045874596			0.085025404		
T ₁	1.628			2.434027			9.08317			16.83503		
T ₂	0.013400691			0.0284476			0.417021046			1.43270652		
T ₃	198			209			198			198		
T ₄	2178			2299			2178			2178		
T ₅	2.88264E-05			1.74463E-05			0.000145991			0.000220404		
S _i ²	1.61042E-07			8.34751E-08			7.37331E-07			1.1188E-06		
S _i ²	6.51092E-08			5.01351E-07			1.72063E-06			6.85707E-06		
S _R ²	2.26151E-07			5.84826E-07			2.45796E-06			7.97588E-06		
S _r	0.0004013			0.000288921			0.00085868			0.001057734		
S _R	0.000475553			0.000764739			0.001567787			0.002824159		
r	0.00112364			0.000808978			0.002404303			0.002961657		
R	0.001331549			0.002141269			0.004389804			0.007907646		

由于水平 2 的重复性限值比水平 1 还低，故将水平 2 的重复性限值由 0.001 调整至 0.002；由于水平 3 和水平 4 的重复性限值较为接近，故将水平 4 的重复性限值由 0.003 调整至 0.005。由于水平

1 的再现性限值与重复性限值的较为接近，故将水平 1 的重复性限值由 0.0014 调至 0.0020。具体参见下表。

表 117 重复性限和再现性限

$\omega/\%$	0.0082	0.012	0.046	0.085
$r/\%$	0.0012	0.002	0.003	0.005
$R/\%$	0.0020	0.003	0.005	0.008

3.26.4 铁数据处理

格拉布斯检验：对 $p=19$ ，格拉布斯检验 5%临界值为 2.968，1%临界值为 2.681。检验结果见下表。

表 118 格拉布斯检验统计

水平	1	2	3	4
均值最大值	0.0051	0.0124	0.0479	0.0927
均值最小值	0.0026	0.0103	0.0426	0.0822
均值	0.0046	0.0113	0.0450	0.0850
s	0.00056	0.00059	0.00145	0.00320
Gmax	0.975	1.860	2.020	2.447
歧离值 (Y/N)	N	N	N	N
离群值 (Y/N)	N	N	N	N
Gmin	3.419	1.756	1.604	0.853
歧离值 (Y/N)	Y	N	N	N
离群值 (Y/N)	Y	N	N	N

格拉布斯检验的结果表明，水平 1 的最小值为离群值，经决定予以剔除。重复检验无异常值。

对数据进行柯克伦检验，水平 2 和水平 4 存在离群值，予以保留。

铁元素重复性限和再现性限计算见下表。

表 119 铁元素重复性限和再现性限计算表

单位	水平 1			水平 2			水平 3			水平 4		
	平均值	标准差	次数									
广东邦普	0.0048	0.00014	11	0.0114	0.00011	11	0.0443	0.00124	11	0.0827	0.00083	11
国合青岛	0.0049	0.00022	11	0.0119	0.00024	11	0.0479	0.00062	11	0.0917	0.00096	11
盟固利	0.0047	0.00014	11	0.0111	0.00011	11	0.0457	0.00129	11	0.0844	0.00088	11
金川	0.0046	0.00013	11	0.0116	0.00010	11	0.0452	0.00040	11	0.0862	0.00100	11
清远佳致	0.0050	0.00022	11	0.0119	0.00028	11	0.0456	0.00084	11	0.0833	0.00108	11
当升	0.0041	0.00022	11	0.0106	0.00007	11	0.0432	0.00160	11	0.0823	0.00143	11
华友新能	0.0042	0.00015	11	0.0108	0.00031	11	0.0431	0.00108	11	0.0872	0.003	11

源												
杉杉	0.0044	0.00010	11	0.0121	0.00016	11	0.0475	0.00130	11	0.0927	0.00052	11
深圳清华	0.0051	0.00019	11	0.0114	0.00030	11	0.0439	0.00067	11	0.0829	0.00138	11
长远锂科	0.0049	0.00018	11	0.0115	0.00018	11	0.0448	0.00106	11	0.0824	0.00073	11
北矿检测	0.0049	0.00019	11	0.0115	0.00028	11	0.0445	0.00076	11	0.0831	0.00036	11
天齐锂业	0.0050	0.00020	11	0.0114	0.00027	11	0.0446	0.00069	11	0.0834	0.00073	11
广东佳纳	0.0051	0.00019	11	0.0124	0.00028	11	0.0467	0.00059	11	0.0844	0.00081	11
贵州分析	0.0047	0.00019	11	0.0108	0.00037	11	0.0438	0.00068	11	0.0825	0.00063	11
南通金通	/	/	/	0.0103	0.00027	11	0.0459	0.00099	11	0.0885	0.00037	11
紫金矿业	0.0043	0.00029	11	0.0114	0.00027	11	0.0462	0.00059	11	0.0872	0.00069	11
浙江华友	0.0041	0.00026	11	0.0104	0.00014	11	0.0426	0.00058	11	0.0822	0.00052	11
广州院	0.0048	0.00023	11	0.0107	0.0007	11	0.0443	0.00093	11	0.0829	0.00096	11
江西锂电	0.0046	0.00021	11	0.0115	0.00028	11	0.0439	0.00075	11	0.0830	0.00072	11
平均值	0.00467646			0.011310622			0.044929713			0.084900048		
T ₁	0.925939			2.36392			9.39031			17.74411		
T ₂	0.004349833			0.026805349			0.422321696			1.508501926		
T ₃	198			209			209			209		
T ₄	2178			2299			2299			2299		
T ₅	6.86874E-06			1.49328E-05			0.000164047			0.00022089		
S _t ²	3.83729E-08			7.85937E-08			8.63404E-07			1.16258E-06		
S _t ²	1.01949E-07			3.36005E-07			2.03143E-06			1.01273E-05		
S _R ²	1.40322E-07			4.14599E-07			2.89483E-06			1.12899E-05		
S _t	0.00019589			0.000280346			0.000929196			0.001078228		
S _R	0.000374595			0.000643894			0.00170142			0.003360046		
r	0.000548492			0.000784968			0.002601748			0.003019039		
R	0.001048867			0.001802902			0.004763977			0.009408128		

由于水平 3 和水平 4 的重复性限值较为接近，因此将水平 4 的重复性限值由 0.003 调至 0.005。具体见下表。

表 120 重复性限和再现性限

$\omega/\%$	0.0047	0.011	0.045	0.085
$r/\%$	0.0006	0.001	0.003	0.005

R/%	0.0011	0.002	0.005	0.010
-----	--------	-------	-------	-------

3.26.5 铜数据处理

格拉布斯检验：对 $p=19$ ，格拉布斯检验 5%临界值为 2.681，1%临界值为 2.968。检验结果见下表。

表 121 格拉布斯检验统计

水平	1	2	3	4
均值最大值	0.0061	0.0144	0.0539	0.0980
均值最小值	0.0045	0.0122	0.0459	0.0853
均值	0.0057	0.0137	0.0511	0.0947
s	0.00047	0.00065	0.00182	0.00296
Gmax	1.042	1.108	1.526	1.117
歧离值 (Y/N)	N	N	N	N
离群值 (Y/N)	N	N	N	N
Gmin	2.471	2.259	2.896	3.184
歧离值 (Y/N)	N	N	Y	Y
离群值 (Y/N)	N	N	N	Y

格拉布斯检验的结果表明，水平 3 和水平 4 的最小值存在异常值，经决定予以保留。对数据进行柯克伦检验，水平 2 存在离群值，水平 3 存在歧离值，经决定予以保留。铜元素重复性限和再现性限计算见下表。

表 122 铜元素重复性限和再现性限计算表

单位	水平 1			水平 2			水平 3			水平 4		
	平均值	标准差	次数									
广东邦普	0.0060	0.00011	11	0.014	0.00013	11	0.052	0.00050	11	0.096	0.00088	11
国合青岛	0.0050	0.00027	11	0.0130	0.00021	11	0.0497	0.0012	11	0.0946	0.0016	11
盟固利	0.0059	0.00011	11	0.0138	0.00013	11	0.0539	0.00052	11	0.0980	0.00090	11
金川	0.0054	0.00001	11	0.0130	0.00011	11	0.0489	0.00052	11	0.0905	0.0011	11
清远佳致	0.0058	0.00016	11	0.0141	0.00022	11	0.0520	0.00051	11	0.0955	0.00096	11
当升	0.0059	0.00013	11	0.0139	0.00031	11	0.0520	0.00057	11	0.0952	0.0011	11
华友新能源	0.0045	0.00006	11	0.0122	0.00010	11	0.0483	0.00046	11	0.0913	0.0017	11
杉杉	0.0060	0.00008	11	0.0141	0.00018	11	0.0509	0.0014	11	0.0958	0.00057	11
深圳清华	0.0061	0.00012	11	0.0144	0.00024	11	0.0520	0.00055	11	0.0953	0.0011	11
长远锂科	0.0060	0.00018	11	0.0141	0.00016	11	0.0521	0.00048	11	0.0966	0.00063	11

北矿检测	0.0059	0.00023	11	0.0141	0.00027	11	0.0525	0.00037	11	0.0963	0.00073	11
天齐锂业	0.0061	0.00017	11	0.0143	0.00031	11	0.0513	0.00048	11	0.0950	0.00065	11
广东佳纳	0.0055	0.00011	11	0.0139	0.00020	11	0.0513	0.00048	11	0.0950	0.00065	11
贵州分析	0.0057	0.00021	11	0.0139	0.00042	11	0.0521	0.00069	11	0.0958	0.00067	11
南通金通	0.0046	0.00017	11	0.0130	0.00024	11	0.0517	0.00097	11	0.0976	0.00175	11
紫金矿业	0.0057	0.00014	11	0.0138	0.00022	11	0.0508	0.00082	11	0.0936	0.00118	11
浙江华友	0.0056	0.00008	11	0.0125	0.00026	11	0.0508	0.0008	11	0.0936	0.0012	11
广州院	0.0060	0.00014	11	0.0139	0.0008	11	0.0519	0.00085	11	0.0967	0.00151	11
江西锂电	0.0058	0.00013	11	0.0144	0.00039	11	0.0513	0.00101	11	0.0943	0.00153	11
平均值	0.00565855		0.013707321		0.051135359		0.094734976					
T ₁	1.182637		2.86483		10.68729		19.79961					
T ₂	0.006735271		0.039352771		0.547152388		1.877444274					
T ₃	209		209		209		209					
T ₄	2299		2299		2299		2299					
T ₅	4.30648E-06		1.75666E-05		0.000100062		0.000245793					
S _t ²	2.26657E-08		9.24559E-08		5.26642E-07		1.29365E-06					
S _L ²	2.16426E-07		4.13956E-07		3.25505E-06		8.61318E-06					
S _R ²	2.39092E-07		5.06412E-07		3.78169E-06		9.90682E-06					
S _e	0.000150551		0.000304066		0.000725701		0.001137386					
S _R	0.000488971		0.000711626		0.001944656		0.003147511					
r	0.000421544		0.000851384		0.002031964		0.00318468					
R	0.001369117		0.001992553		0.005445037		0.00881303					

由于重复性限普遍较低，多个实验室的极差大于重复性限计算值，且与再现性限差异较大，决定将水平 1 的重复性限值从 0.0005 调至 0.0007，水平 2 的重复性限由 0.001 调至 0.002，水平 4 的重复性限值从 0.004 调至 0.005。水平 2 的再现性限至与水平 1 接近，而与水平 3 差异较大，建议将水平 2 的再现性限由 0.002 调至 0.003。具体见下表。

表 123 重复性限和再现性限

$\omega/\%$	0.0057	0.014	0.051	0.095
$r/\%$	0.0007	0.002	0.003	0.005
$R/\%$	0.0014	0.003	0.006	0.009

3.26.6 铬数据处理

对数据进行柯克伦检验，水平 1 和水平 4 存在离群值，经决定予以保留。

格拉布斯检验：对 $p=19$ ，格拉布斯检验 5%临界值为 2.681，1%临界值为 2.968。检验结果见下表。

表 124 格拉布斯检验统计

水平	1	2	3	4
均值最大值	0.0034	0.0105	0.0520	0.0968
均值最小值	0.0024	0.0091	0.0455	0.0837
均值	0.0030	0.0099	0.0500	0.0939
s	0.00028	0.00036	0.00147	0.00322
Gmax	1.578	1.596	1.368	0.904
歧离值 (Y/N)	N	N	N	N
离群值 (Y/N)	N	N	N	N
Gmin	2.094	2.276	3.068	3.148
歧离值 (Y/N)	N	N	Y	Y
离群值 (Y/N)	N	N	Y	Y

格拉布斯检验的结果，水平 3 和水平 4 的最小值存在离群值，经决定予以保留。
铬元素重复性限和再现性限计算见下表。

表 125 铬元素重复性限和再现性限计算表

单位	水平 1			水平 2			水平 3			水平 4		
	平均值	标准差	次数	平均值	标准差	次数	平均值	标准差	次数	平均值	标准差	次数
广东邦普	0.0029	0.00009	11	0.0099	0.00024	11	0.0505	0.00138	11	0.0949	0.00130	11
国合青岛	0.0031	0.00012	11	0.0103	0.0011	11	0.0504	0.00067	11	0.0955	0.00126	11
盟固利	0.0028	0.00009	11	0.0096	0.00024	11	0.0520	0.00141	11	0.0968	0.00130	11
金川	0.0030	0.000104	11	0.0097	0.000103	11	0.0479	0.00042	11	0.0884	0.00118	11
清远佳致	0.0032	0.00010	11	0.0102	0.00027	11	0.0511	0.00077	11	0.0951	0.00102	11
当升	0.0025	0.00007	11	0.0091	0.00034	11	0.0502	0.00052	11	0.0935	0.0027	11
华友新能源	0.0027	0.00005	11	0.0094	0.0001	11	0.0479	0.00045	11	0.0896	0.0016	11
杉杉	0.0032	0.00005	11	0.0103	0.00016	11	0.0499	0.00149	11	0.0934	0.00075	11
深圳清华	0.0030	0.00008	11	0.0100	0.00027	11	0.0504	0.00087	11	0.0960	0.0015	11
长远锂科	0.0029	0.00012	11	0.0097	0.00037	11	0.0510	0.00108	11	0.0955	0.00069	11
北矿检测	0.0027	0.00010	11	0.0100	0.00027	11	0.0504	0.00050	11	0.0954	0.00058	11
天齐锂业	0.0030	0.00014	11	0.0099	0.00029	11	0.0506	0.00064	11	0.0954	0.00075	11

广东佳纳	0.0033	0.00012	11	0.0105	0.00026	11	0.0513	0.00068	11	0.0955	0.00096	11
贵州分析	0.0027	0.00014	11	0.0101	0.00036	11	0.0500	0.00091	11	0.0952	0.00083	11
南通金通	0.0024	0.00010	11	0.0095	0.00016	11	0.0498	0.00068	11	0.0947	0.00142	11
紫金矿业	0.0032	0.00008	11	0.0103	0.00036	11	0.0500	0.00052	11	0.0938	0.00122	11
浙江华友	0.0034	0.00003	11	0.0096	0.00012	11	0.0455	0.0016	11	0.0837	0.0006	11
广州院	0.0029	0.00012	11	0.0102	0.00029	11	0.0501	0.00084	11	0.0959	0.00166	11
江西锂电	0.0032	0.00024	11	0.0099	0.00027	11	0.0507	0.00097	11	0.0946	0.00162	11
平均值	0.002957316			0.009904852			0.049983062			0.093853876		
T ₁	0.618079			2.070114			10.44646			19.61546		
T ₂	0.001842811			0.020530053			0.522572296			1.843039129		
T ₃	209			209			209			209		
T ₄	2299			2299			2299			2299		
T ₅	2.31723E-06			1.24959E-05			0.000166095			0.000322768		
S _r ²	1.21959E-08			6.57679E-08			8.74186E-07			1.69878E-06		
S _L ²	7.44301E-08			1.24731E-07			2.07324E-06			1.02101E-05		
S _R ²	8.66261E-08			1.90499E-07			2.94742E-06			1.19089E-05		
S _r	0.000110435			0.000256453			0.000934979			0.001303372		
S _R	0.000294323			0.000436462			0.001716806			0.00345093		
r	0.000309219			0.000718067			0.002617941			0.003649441		
R	0.000824105			0.001222092			0.004807056			0.009662605		

由于重复性限值普遍较低，水平 1 有多家实验室的极差达到 0.0005，水平 2 的极差达到 0.0014，水平 4 的极差达到 0.005，经决定将水平 1 的重复性限值由 0.0004 调至 0.0005，将水平 2 的重复性限由 0.008 调至 0.0014，将水平 4 的重复性限值由 0.004 调至 0.005。由于水平 2 的重复性限值和再现性限值较为接近，经决定将水平 2 的再现性限值由 0.0013 调为 0.0020。具体见下表。

表 126 重复性限和再现性限

$\omega/\%$	0.0030	0.0099	0.050	0.094
$r/\%$	0.0005	0.0014	0.003	0.005
$R/\%$	0.0009	0.0020	0.005	0.010

3.26.7 镉数据处理

对数据进行柯克伦检验，水平 3、水平 4 和水平 5 存在离群值，经决定予以保留。

格拉布斯检验：格拉布斯检验：对 $p=19$ ，格拉布斯检验 5%临界值为 2.681，1%临界值为 2.968。检验结果见下表。

表 127 格拉布斯检验统计

水平	1	2	3	4	5
均值最大值	0.0021	0.0062	0.0275	0.0527	0.0917
均值最小值	0.0015	0.0054	0.0239	0.0457	0.0816
均值	0.0019	0.0059	0.0264	0.0501	0.0871
s	0.00015	0.00022	0.00080	0.00146	0.00207
Gmax	1.154	1.408	1.328	1.738	2.183
歧离值 (Y/N)	N	N	N	N	N
离群值 (Y/N)	N	N	N	N	N
Gmin	2.631	2.159	3.169	3.035	2.695
歧离值 (Y/N)	N	N	Y	Y	Y
离群值 (Y/N)	N	N	Y	Y	N

格拉布斯检验的结果表明,水平 3 和水平 4 的最小值存在离群值,水平 5 的最小值存在歧离值,经决定先予以保留。

重复性限和再现性限计算见下表。

表 128 镉元素重复性限和再现性限计算表

单位	水平 1			水平 2			水平 3			水平 4			水平 5		
	平均值	标准差	次数	平均值	标准差	次数									
邦普	0.0019	0.00007	11	0.0060	0.00010	11	0.0267	0.00033	11	0.0501	0.00044	11	0.0869	0.0018	11
国合	0.0021	0.0001	11	0.0062	0.00013	11	0.0272	0.0003	11	0.0527	0.00067	11	0.0905	0.0006	11
盟固利	0.0019	0.00007	11	0.0058	0.00010	11	0.0275	0.0003	11	0.0511	0.0004	11	0.0886	0.0018	11
金川	0.0019	0.00004	11	0.0058	0.00009	11	0.0257	0.0004	11	0.0485	0.0004	11	0.0873	0.0006	11
佳致	0.0020	0.0001	11	0.0061	0.0001	11	0.0268	0.0004	11	0.0504	0.0008	11	0.0871	0.001	11
当升	0.0015	0.00005	11	0.0055	0.0001	11	0.0265	0.0011	11	0.0499	0.0009	11	0.0862	0.0008	11
能源	0.0020	0.00005	11	0.0059	0.00004	11	0.0263	0.0003	11	0.0507	0.0017	11	0.0920	0.003	11
杉杉	0.0020	0.00003	11	0.0062	0.0001	11	0.0271	0.0008	11	0.0524	0.0003	11	0.0894	0.0008	11
清华	0.0020	0.00008	11	0.0060	0.0002	11	0.0266	0.0005	11	0.0504	0.0008	11	0.0863	0.0015	11
锂科	0.0020	0.00009	11	0.0060	0.0002	11	0.0269	0.0006	11	0.0505	0.0004	11	0.0862	0.0012	11
北矿	0.0020	0.0001	11	0.0060	0.0017	11	0.0270	0.0003	11	0.0504	0.0004	11	0.0872	0.0011	11

天齐	0.0019	0.0001	11	0.0060	0.0001	11	0.0265	0.0006	11	0.0493	0.0006	11	0.0863	0.0012	11
佳纳	0.0021	0.00007	11	0.0061	0.00014	11	0.0268	0.0003	11	0.0509	0.0005	11	0.0879	0.0008	11
贵州	0.0017	0.0001	11	0.0060	0.0003	11	0.0263	0.0006	11	0.0497	0.0006	11	0.0864	0.0008	11
金通	0.0019	0.0001	11	0.0058	0.0002	11	0.0253	0.0007	11	0.0492	0.0013	11	0.0867	0.0022	11
紫金	0.0015	0.0001	11	0.0055	0.0001	11	0.0261	0.0003	11	0.0510	0.0007	11	0.0917	0.0008	11
华友	0.0019	0	11	0.0054	0.00003	11	0.0239	0.00036	11	0.0457	0.00024	11	0.0816	0.0005	11
广州	0.0019	0.0001	11	0.0059	0.0001	11	0.0263	0.0006	11	0.0502	0.0006	11	0.0856	0.0008	11
锂电	0.0019	0.00009	11	0.0058	0.0002	11	0.0266	0.0007	11	0.0500	0.0010	11	0.0869	0.0021	11
平均值	0.00189533			0.005893297			0.026407703			0.05017134			0.087402344		
T ₁	0.396124			1.231699			5.51921			10.48581			18.26709		
T ₂	0.000755466			0.007268724			0.145877832			0.526514508			1.597677939		
T ₃	209			209			209			209			209		
T ₄	2299			2299			2299			2299			2299		
T ₅	1.44843E-06			4.60624E-06			5.80281E-05			0.00011013			0.000365544		
S _r ²	7.62331E-09			2.42434E-08			3.05411E-07			5.7963E-07			1.92392E-06		
S _i ²	2.2943E-08			4.80788E-08			6.19569E-07			2.10575E-06			5.33745E-06		
S _R ²	3.05663E-08			7.23222E-08			9.2498E-07			2.68538E-06			7.26137E-06		
S _r	8.73116E-05			0.000155703			0.00055264			0.000761334			0.001387053		
S _R	0.000174832			0.000268928			0.000961759			0.001638713			0.002694693		
r	0.000244472			0.000435968			0.001547392			0.002131736			0.003883748		
R	0.00048953			0.000752998			0.002692924			0.004588397			0.00754514		

重复性限和再现性限值见下表。

表 129 重复性限和再现性限

$\omega/\%$	0.0019	0.0059	0.026	0.050	0.087
$r/\%$	0.0003	0.0005	0.002	0.003	0.004
$R/\%$	0.0005	0.0008	0.003	0.005	0.008

3.27 精密度汇总

表 130 重复性限

元素	$\omega_x/\%$	重复性限 $r/\%$
钾	0.0034	0.0006
	0.012	0.001

	0.045	0.002
	0.085	0.004
钠	0.011	0.001
	0.047	0.003
	0.073	0.005
钙	0.0082	0.0012
	0.012	0.002
	0.046	0.003
	0.085	0.005
铁	0.0047	0.0006
	0.011	0.001
	0.045	0.003
	0.085	0.005
铜	0.0057	0.0007
	0.014	0.001
	0.051	0.003
	0.095	0.005
铬	0.0029	0.0005
	0.0099	0.0008
	0.050	0.003
	0.094	0.005
镉	0.0019	0.0003
	0.0059	0.0005
	0.027	0.002
	0.050	0.003
	0.087	0.005

表 131 再现性限

元素	$\omega_x/\%$	重复性限 $R/\%$
钾	0.0034	0.0010
	0.012	0.002
	0.045	0.005
	0.085	0.007
钠	0.011	0.003
	0.047	0.006
	0.073	0.009
钙	0.0082	0.0014
	0.012	0.003
	0.046	0.006
	0.085	0.008
铁	0.0047	0.0011
	0.011	0.002
	0.045	0.005

	0.085	0.010
铜	0.0057	0.0014
	0.014	0.002
	0.051	0.005
	0.095	0.007
铬	0.0029	0.0009
	0.0099	0.0013
	0.050	0.005
	0.094	0.007
镉	0.0019	0.0005
	0.0059	0.0008
	0.027	0.003
	0.050	0.005
	0.087	0.007

五、预期达到的社会效益等情况

（一）标准制定的必要性

1、行业需求

镍锰酸锂是一种新型的尖晶石型锂离子正极材料，具有 4.7V 的高电压平台，其理论比容量高达 146.7mAh/g，具有输出电压高、成本低、环境友好等特点，广泛应用于电动汽车、无人机、军工等领域。最显著的特点是比容量高、功率系数大、使用寿命长，能满足当今电池发展趋势中储能效率高、性价比高、安全性好、绿色环保的要求，是非常具有潜力的电池新材料。作为新型的材料，镍锰酸锂随着存量市场的开发和增量市场的渗透，增长速度明显快于电池行业整体发展速度。镍锰酸锂应具有独特的性能，在市场上占据一定的市场份额。目前已在国内商业化，生产企业有四川兴能新能源科技公司、蜂巢新能源科技有限公司、广东邦普循环科技有限公司、济宁市无界科技有限公司、哈尔滨博尔特能源科技有限公司、合肥国轩高科动力能源有限公司、东莞迈科新能源有限公司、中信大锰矿业有限责任公司大新锰矿分公司、中海油能源发展股份有限公司、四川科能锂电有限公司、湖南长远锂科股份有限公司等。使用企业有合肥国轩高科动力能源有限公司、宁德时代新能源科技股份有限公司、深圳沃特玛电池有限公司、四川剑兴锂电池有限公司、上海中聚佳华电池科技有限公司、河南鹏辉能源科技有限公司、河南科隆集团有限公司等国内一些电池制造厂家。

2、产品标准无配套分析方法标准

产品标准 GB/T 37202—2018《镍锰酸锂》于 2018 年 12 月 28 日发布，2019 年 11 月 1 日实施，目前已经实施 1 年多，该标准对产品的化学成分进行了规定。镍锰酸锂产品中对其化学成分要求多并严格，如对主元素镍、锰、锂的含量进行了规定，对金属杂质离子进行严格的限制，如新增了硫酸根和氯离子含量的要求，而该产品标准中对产品的化学成分的测定规定为按供需双方协商认可的现有方法进行。镍锰酸锂产品的化学成分直接影响到产品质量的好坏，而目前尚无相应的配套分析方法标准，这对于把控产品质量，是非常不利的。基于市场中供应商、客户的需求，在行业形成统一的技术规格，统一产品的化学分析方法可以避免误差的产生，减少供应商和客户之间因检测误差造成的商业纠纷，同时也给供需双方选择材料提供可依据的三方标准。因此，建立一套针对镍锰酸锂化学成分的分析方法标准是十分必要。

3、符合政策要求

2016年9月28日，工业和信息化部印发《有色金属工业发展规划（2016—2020年）》（工信部规〔2016〕316号），该文件将大力发展高端材料列为主要任务，以满足我国新一代节能与新能源汽车等高端领域的关键基础材料为重点，提升材料质量的均一性，降低成本，提高中高端有效供给能力和水平。围绕储能与新能源汽车等领域需求，重点发展大容量长寿命电池正极材料。

2017年1月23日，工业和信息化部、发展改革委、科技部、财政部四部委联合印发《新材料产业发展指南》（工信部联〔2016〕454号），在“四、重点任务”——“（一）突破重点应用领域急需的新材料”中指出：要紧紧围绕节能环保等重点领域需求，提高关键战略材料生产研发比重。并在“专栏1”——“节能与新能源汽车材料”中指出：要提升镍钴锰酸锂、镍钴铝酸锂、富锂锰基材料安全性、性能一致性与循环寿命，实现先进电池材料合理配套。

2018年10月16日，工信部、科技部、商务部、市场监管总局联合印发《原材料工业质量提升三年行动方案（2018-2020年）》（工信部联科〔2018〕198号），该文件在“二、行动目标”中指出：要明显提高我国原材料产品质量，特别是在有色金属行业中的节能与新能源汽车等重点领域应用有色金属材料质量均一性提高。

2019年10月30日，发展改革委印发《产业结构调整指导目录（2019年本）》，该文件在“十六、汽车”——“3、新能源汽车关键零部件”中将高安全性能量型动力电池单体、正极材料列入目录中。

镍锰酸锂正极材料属于上述四个政策支持的新能源材料，其分析方法的制定对于促进正极材料的健康发展具有重要作用，符合国家的政策要求。

（二）标准制定的可行性

电感耦合等离子体原子发射光谱法已广泛应用于锂离子电池正极材料中微量金属杂质含量的测定，如YS/T 1263.4—2018《镍钴铝酸锂化学分析方法 第4部分：铝、铁、钙、镁、铜、锌、硅、钠、锰量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》、YS/T 1006.2—2014《镍钴锰酸锂化学分析方法 第2部分：锂、镍、钴、锰、钠、镁、铝、钾、铜、钙和铁量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》及YS/T 1028.5—2015《磷酸铁锂化学分析方法 第5部分：钙、镁、锌、铜、铅、铬、钠、铝、镍、钴、锰量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》。本方法用于低含量金属杂质的测定，结果准确、可靠，干扰少。且该方法简单、测定较快速，值得推广。

（三）标准预期产生的经济效益和社会效益

本标准的制定规范了镍锰酸锂产品的化学成分的检测方法，实现了先进正极材料配套相应的分析方法标准。使得镍锰酸锂生产企业、使用企业及第三方检测机构有标准可依，减少供应商和客户之间因检测误差造成的商业纠纷。本标准的制定对于落实国家的政策要求，促进了新能源汽车动力用高端镍锰酸锂正极材料的发展，对于进一步满足国家新一代节能与新能源汽车的需求具有重要作用。

六、采用国际标准和国外先进标准的情况

4.1 采用国际标准和国外先进标准的程度

经查，国外无相同类型的标准。

4.2 国际、国外同类标准水平的对比分析

经查，国外无相同类型的标准。

4.3 与现有标准及制定中标准协调配套的情况

经查，标准与现有标准及制定中的标准无重复交叉情况。

七、与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系

与有关的现行法律、法规和强制性国家标准没有冲突。

八、重大分歧意见的处理经过和依据

无重大分歧。

九、标准作为强制性标准或推荐性标准的建议

建议作为推荐性行业标准。

十、贯彻标准的要求和措施建议

由于本标准反映了镍锰酸锂行业的需求，因此可积极向厂家及国内外用户推荐采用本标准。

十一、废止现行有关标准的建议

无。

十二、其他应予说明的事项

标准名称和适用范围变更说明：在精密度的试验过程中，发现硅、铅的元素谱线受主基体锰、镍的元素谱线影响较大，且不同测试单位间的精密度试验数据较为异常。因此，在本标准的预审会上，经过协商决定将标准的范围调整为：适用于镍锰酸锂中钾、钠、钙、铁、铜、铬、镉含量的测定（删除铅、硅含量的测定），标准名称变更为《镍锰酸锂化学分析方法 第6部分：钾、钠、钙、铁、铜、铬、镉含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》。

《镍锰酸锂化学分析方法 第6部分：钾、钠、钙、铁、铜、铬、镉含量的测定
电感耦合等离子体原子发射光谱法》标准编制组

二〇二一年六月