



中华人民共和国国家标准

GB/T 6730.65—2009

铁矿石 全铁含量的测定 三氯化钛还原重铬酸钾滴定法 (常规方法)

Iron ores—Determination of total iron content—Titanium(Ⅲ) chloride
reduction potassium dichromate titration methods (routine methods)

2009-10-30 发布

2010-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 6730 的本部分的附录 A 和附录 B 为资料性附录,附录 C 为规范性附录。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国铁矿石与直接还原铁标准化技术委员会归口。

本部分主要起草单位:武汉钢铁(集团)公司。

本部分主要起草人:闻向东、陈士华、张穗忠、张春兰、曹宏燕、余卫华、文斌、沈金科、岳秀云。

铁矿石 全铁含量的测定 三氯化钛还原重铬酸钾滴定法 (常规方法)

警告:使用 GB/T 6730 本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的各项事项。

1 范围

GB/T 6730 的本部分规定了三氯化钛还原重铬酸钾滴定法测定全铁含量的方法(常规方法)。

本部分适用于天然铁矿石、铁精矿和块矿,包括烧结矿、球团矿中全铁含量的测定。测定范围(质量分数):25%~72%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 6730 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法的重复性和再现性的基本方法(GB/T 6379.2—2004,ISO 5725-2:1994,IDT)

GB/T 6682 分析实验室用水规范和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 6730.1 铁矿石化学分析方法 分析用预干燥试样的制备(GB/T 6730.1—1986,idt ISO 7764:1998)

GB/T 10322.1 铁矿石 取样和制样方法(GB/T 10322.1—2000,idt ISO 3082:1998)

GB/T 12805 实验室玻璃仪器 滴定管(GB/T 12805—1991,neq ISO 385:1984)

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶(GB/T 12806—1991,neq ISO 1042:1983)

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管(GB/T 12808—1991,neq ISO 648:1977)

3 原理

根据试样性质和共存元素含量,采用以下任一方法分解试料:

- 盐酸-氟化钠分解法:试料用盐酸-氟化钠加热分解;
- 硫酸-磷酸分解法:试料用硫酸-磷酸加热分解;
- 碳酸钠-硼酸混合熔剂熔融,盐酸分解法:试料用碳酸钠-硼酸混合熔剂(全熔剂)熔融,熔块以盐酸加热分解;
- 碳酸钠-过氧化钠混合熔剂熔融,盐酸分解法:试料用碳酸钠-过氧化钠混合熔剂熔融,熔块以盐酸加热分解;
- 碳酸钠、硝酸钾和草酸混合熔剂烧结,盐酸分解法:试料用碳酸钠、硝酸钾和草酸混合熔剂于高温烧结,烧结块以盐酸、氟化钠分解。

试料分解后以氯化亚锡还原试液中大部分的三价铁,再以钨酸钠为指示剂,三氯化钛将剩余三价铁全部还原为二价至生成“钨蓝”,以稀重铬酸钾溶液氧化过剩的还原剂(或以空气中氧自然氧化)。在硫酸-磷酸介质中,以二苯胺磺酸钠为指示剂,用重铬酸钾标准滴定溶液滴定二价铁,计算全铁的质量

GB/T 6730.65—2009

分数。

铜量大于 0.5% 时,用能够完全分解试料的任一种方法分解试料后,氨水沉淀铁与铜分离进行铁的测定。

钒量大于 0.1% 时,试料用碳酸钠-过氧化钠混合熔剂熔融,水浸取后铁与钒分离进行铁的测定。

4 试剂

警告:过氧化钠具有强烈的氧化性,不能与有机物等还原性物质接触,否则易发生燃烧和爆炸。过氧化钠的废料不得用纸或类似可燃物包裹后丢入废料箱内,应用水冲洗排入下水道内,以免自燃引起火灾。

分析中除非另有说明,仅使用认可的分析纯试剂和蒸馏水或与其纯度相当符合 GB/T 6682 规定的实验室用水。

4.1 无水碳酸钠。

4.2 过氧化钠。

4.3 氧化镁,预先在 900 °C 灼烧 1 h。

4.4 氟化钠。

4.5 碳酸钠-硼酸混合熔剂。

取 2 份无水碳酸钠和 1 份硼酸研细后混匀。

4.6 碳酸钠、硝酸钾和草酸混合熔剂。

取 100 g 无水碳酸钠、7.5 g 硝酸钾和 40 g 草酸研细后混匀。

4.7 盐酸,ρ 约 1.19 g/mL。

4.8 盐酸,1+1。

4.9 盐酸,1+4。

4.10 盐酸,1+99。

4.11 硫酸-磷酸混合酸,3+3+4。

4.12 硝酸,ρ 约 1.42 g/mL。

4.13 过氧化氢,ρ 约 1.05 g/mL。

4.14 氨水,1+1。

4.15 氨水,5+95。

4.16 氢氧化钠溶液,10 g/L。

4.17 氟化钠溶液,50 g/L,储存于塑料瓶中。

4.18 氯化亚锡溶液,60 g/L。

取 6 g 氯化亚锡溶于 20 mL 热浓盐酸中,用水稀释至 100 mL,混匀,加入数颗锡粒。

4.19 钨酸钠溶液,250 g/L。

称取 25 g 钨酸钠溶于适量水中,加 5 mL 磷酸,用水稀释至 100 mL。

4.20 三氯化钛溶液,1+14。

取 2 mL 三氯化钛溶液(约 15% 质量体积浓度)用盐酸(1+5)稀释至 30 mL。

4.21 硫酸铜,5 g/L。

4.22 重铬酸钾溶液,1 g/L。

4.23 高锰酸钾溶液,4 g/L。

4.24 二苯胺磺酸钠指示剂溶液,2 g/L。

4.25 硫酸亚铁铵溶液, $c(\text{Fe}^{2+})=0.050 \text{ mol/L}$ 。

称取 19.7 g 硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 溶解于硫酸(5+95)中,移入 1 000 mL 容量瓶中,用硫酸(5+95)稀释至刻度,混匀。

4.26 重铬酸钾标准滴定溶液, $c(1/6K_2Cr_2O_7)=0.050\ 00\ mol/L$ 。

称取 2.451 5 g 预先在 140 ℃~150 ℃干燥 2 h 并于干燥器中冷却至室温的重铬酸钾(基准试剂)于 250 mL 烧杯中,加水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,充分混匀。记下配制标准滴定溶液时的温度。

所用容量瓶应符合 GB/T 12806 中 A 级容量瓶的要求,必要时预先对容量瓶进行校准。

注 1: 某些重铬酸钾标准物质已确定了其重铬酸钾的含量,可根据其含量计算称取重铬酸钾的质量。

注 2: 应注意重铬酸钾标准滴定溶液的环境温度,滴定时的温度应尽量与配制标准滴定溶液的温度一致。

5 仪器

除非另有规定,所用滴定管、容量瓶和吸量管应符合 GB/T 12805、GB/T 12806 和 GB/T 12808 的规定。

5.1 铂坩埚,容积 20 mL~30 mL。

5.2 刚玉坩埚,容积 20 mL~30 mL。

5.3 称量勺,用非磁性材料或退磁的不锈钢制成。

5.4 高温炉,温度适于控制在 500 ℃~1 000 ℃的范围。

6 取样和制样

6.1 实验室试样

按照 GB/T 10322.1 规定进行取制实验室试样。一般试样粒度应小于 100 μm 。如试样中化合水或易氧化物含量高时,其粒度应小于 160 μm 。

6.2 预干燥试样

将实验室样充分混合,采用份样缩分法取样。按照 GB/T 6730.1 中的规定,将试样在 105 ℃ \pm 2 ℃ 的温度下进行干燥。

7 分析步骤

7.1 测定次数

对同一预干燥试样(6.2),至少独立测定 2 次。

注:“独立”是指在同一实验室,由同一操作员使用相同的设备、按相同的测试方法,在短时间内对同一被测对象独立进行测试。

7.2 试料量

用一个非磁性勺(5.3)称取 0.20 g 预干燥试样(6.2),精确至 0.000 1 g。

7.3 空白试验及验证试验

随同试料作空白试验,并用同类标准物质(标准样品)进行验证试验。

7.4 分析方法

根据试样,选择 7.4.1、7.4.2、7.4.3、7.4.4 或 7.4.5 分析步骤。

7.4.1 盐酸-氟化钠分解法

7.4.1.1 将试料(7.2)置于 500 mL 锥形瓶中,用少量水润湿,加 15 mL 氟化钠溶液(4.17),20 mL 盐酸(4.7),高温加热至试料溶解。溶解过程中不断滴加氯化亚锡溶液(4.18)和补加盐酸(4.8),保持试液呈微黄色,浓缩体积至约 20 mL,取下冷却至室温。

注 1: 如氯化亚锡溶液过量,溶液成无色,可滴加高锰酸钾溶液(4.23)至溶液呈微黄色,再按 7.4.1.2 操作。

注 2: 对于高硅低铁的铁矿石样品,一般情况下,全铁的质量分数小于 50%,不宜使用盐酸-氟化钠分解法。

7.4.1.2 加约 100 mL 水,1 mL 钨酸钠溶液(4.19),在不断摇动下滴加三氯化钛溶液(4.20)至试液呈蓝色。

GB/T 6730.65—2009

7.4.1.3 滴加重铬酸钾溶液(4.22)至蓝色消失,或稍等至空气中的氧氧化至蓝色消失,立即加入 10 mL 硫酸-磷酸混合酸(4.11),加 5 滴二苯胺磺酸钠指示剂溶液(4.24),用重铬酸钾标准滴定溶液(4.26)滴定至试液由绿色至蓝绿色到最后一滴变为紫红色时为终点。

7.4.2 硫酸-磷酸分解法

7.4.2.1 将试料(7.2)置于 250 mL 锥形瓶中,用少量水润湿,加 15 mL 硫酸-磷酸混合酸(4.11),2 mL 硝酸(4.12),加热溶解试料,轻轻晃动锥形瓶 1 次~2 次,继续加热至冒硫酸烟,当硫酸烟离液面 5 cm~6 cm 时取下锥形瓶。

注 1: 试样中硅量高时,可加 0.5 g 氯化钠(4.4)助溶。

注 2: 对于高硅低铁的铁矿石样品,一般情况下,全铁的质量分数小于 50%,不宜使用硫酸-磷酸分解法。

7.4.2.2 稍冷,沿瓶壁加 20 mL 盐酸(4.9),趁热滴加氯化亚锡溶液(4.18),至试液呈微黄色,冷却至室温,加约 50 mL 水,1 mL 钨酸钠溶液(4.19),滴加三氯化钛溶液(4.20)至试液呈蓝色。

7.4.2.3 滴加重铬酸钾溶液(4.22)至蓝色消失,或稍等至空气中的氧氧化至蓝色消失,加 5 滴二苯胺磺酸钠指示剂溶液(4.24),用重铬酸钾标准滴定溶液(4.26)滴定至试液由绿色至蓝绿色到最后一滴变为紫红色时为终点。

注: 可加 1 滴~2 滴硫酸铜溶液(4.21),摇匀,蓝色立即褪尽,加指示剂溶液后立即滴定。

7.4.3 碳酸钠、硼酸混合熔剂熔融,盐酸分解法。

7.4.3.1 将试料(7.2)置于盛有 2.5 g 碳酸钠-硼酸混合熔剂(4.5)的铂坩埚(5.1)中,混匀,加上铂金盖,将铂坩埚置于 950 °C 的高温炉(5.4)中熔融 10 min~20 min。从高温炉中取出并摇动坩埚,冷却。

7.4.3.2 将铂坩埚置于盛有 100 mL 盐酸(4.9)的 300 mL 烧杯中,盖上表皿,缓缓加热至试料溶解,溶解过程中不断滴加氯化亚锡溶液(4.18),保持试液呈微黄色,洗出铂坩埚及盖,将试液移入 500 mL 锥形瓶中,加水至约 150 mL,加 1 mL 钨酸钠溶液(4.19),滴加三氯化钛溶液(4.20)至试液呈蓝色。

7.4.3.3 以下同 7.4.1.3 操作。

注: 习惯在烧杯中滴定分析的,可以不需转移到 500 mL 锥形瓶中,直接在烧杯中进行后续步骤。

7.4.4 碳酸钠、过氧化钠混合熔剂熔融法

7.4.4.1 钒含量小于 0.1% 的试样

7.4.4.1.1 将试料(7.2)置于预先加有 0.5 g 无水碳酸钠(4.1)的刚玉坩埚(5.2)中,加 2 g 过氧化钠(4.2),混匀,并用少量过氧化钠覆盖于表面,在电热板上烘烤至焦黄色,置于高温炉(5.4)中从 400 °C 慢慢升温至 700 °C~750 °C 熔融 5 min~10 min 至清亮,冷却。

7.4.4.1.2 将刚玉坩埚置于盛有 100 mL 盐酸(4.9)的 300 mL 烧杯中,盖上表皿,缓缓加热至试料溶解,溶解过程中不断滴加氯化亚锡溶液(4.18),保持试液呈微黄色,洗出刚玉坩埚,冷却至室温。

7.4.4.1.3 以下同 7.4.1.2 及后续步骤。

7.4.4.2 钒含量大于 0.1% 的试样

7.4.4.2.1 同 7.4.4.1.1。

7.4.4.2.2 将刚玉坩埚置于 400 mL 烧杯中,加 150 mL 热水浸取,洗出坩埚。用中速滤纸过滤,用氢氧化钠溶液(4.16)冲洗烧杯及沉淀 5 次~6 次。

7.4.4.2.3 用 20 mL 盐酸(4.8)溶解沉淀于原烧杯中,用少量热盐酸(4.10)洗净滤纸至无色,并洗净原刚玉坩埚,洗液合并于原烧杯中。缓缓加热至沉淀溶解,溶解过程中不断滴加氯化亚锡溶液(4.18),保持试液呈微黄色,冷却至室温。将试液移入 500 mL 锥形瓶中,加水至约 150 mL,加 1 mL 钨酸钠溶液(4.19),滴加三氯化钛溶液(4.20)至试液呈蓝色。

7.4.4.2.4 以下同 7.4.1.3 操作。

注: 习惯在烧杯中滴定分析的,可以不需转移到 500 mL 锥形瓶中,直接在烧杯中进行后续步骤。

7.4.5 碳酸钠、硝酸钾和草酸混合熔剂烧结,盐酸分解法

7.4.5.1 将试料置于盛有 0.8 g 碳酸钠、硝酸钾和草酸混合熔剂(4.6)的瓷坩埚中,混匀,将其全部转

移至锥形滤纸上,包成小包,置于垫有氧化镁(4.3)的瓷坩埚中,于约 500 ℃ 的高温炉(5.4)中开炉门炭化、灰化后,于 900 ℃ 熔融 1 min~2 min,取出,冷却,用小勺将熔块移入 500 mL 锥形瓶中。

注:亦可将包有试料和混合熔剂的小包置于填有若干滤纸片的瓷坩埚中高温烧结。

7.4.5.2 加 20 mL 盐酸(4.7),15 mL 氯化钠溶液(4.17),缓缓加热至试料溶解,溶解过程中不断滴加氯化亚锡溶液(4.18),保持试液呈微黄色,冷却至室温。

7.4.5.3 加约 100 mL 水,1 mL 钨酸钠溶液(4.19),滴加三氯化钛溶液(4.20)至试液呈蓝色。

7.4.5.4 以下同 7.4.1.3 操作。

7.4.6 铜量大于 0.5% 的试样。

7.4.6.1 选用 7.4.1、7.4.2、7.4.3、7.4.4 或 7.4.5 的任一方法,将试料完全分解或分解后转移于 400 mL 烧杯中,在试料溶液还原前,加 5 mL 过氧化氢(4.13),将铁全部氧化至高价,微沸 5 min。

7.4.6.2 用氨水(4.14)中和至出现氢氧化铁沉淀,并过量 10 mL,煮沸。待沉淀下沉,用快速滤纸过滤,氨水(4.15)洗涤沉淀 4 次~5 次。

7.4.6.3 滤纸上的沉淀用 20 mL 盐酸(4.8)溶解于 500 mL 锥形瓶中,用热盐酸(4.10)洗净滤纸。加热,用氯化亚锡溶液(4.18)将其还原为微黄色,以下按 7.4.1.2、7.4.1.3 操作。

7.5 空白值的测定

与试料同时分析,采用相同步骤和使用相同数量的试剂操作。7.4.1、7.4.3、7.4.4、7.4.5 方法中在加硫酸-磷酸混合酸(4.11)之前,7.4.2 方法中在加二苯胺磺酸钠指示剂溶液(4.24)之前,加 5.00 mL 硫酸亚铁铵溶液(4.25),用重铬酸钾标准滴定溶液(4.26)滴定至终点(消耗 V_1 mL),再加 5.00 mL 硫酸亚铁铵溶液(4.25),再以重铬酸钾标准滴定溶液(4.26)滴定至终点(消耗 V_2 mL),前后滴定消耗重铬酸钾标准滴定溶液体积之差 V 。即为空白值($V_0 = V_1 - V_2$)。

8 分析结果的计算

8.1 全铁含量的计算

按式(1)计算全铁的质量分数(%):

$$w_{\text{Fe}} = \frac{c \times (V - V_0) \times 55.85}{m \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c ——重铬酸钾标准滴定溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——滴定试料溶液消耗重铬酸钾标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白试验溶液消耗重铬酸钾标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为克(g);

55.85——铁的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

8.2 结果的一般处理

8.2.1 重复性和再现性

本部分的精密度数据在 2008 年由 11 个实验室对 8 个水平的铁矿石试样,用不同试料分解方法进行共同试验,每个实验室对每个水平的样品独立测定 3 次,试验数据按 GB/T 6379.2 进行统计,方法的重复性和再现性见表 1。

精密度表述和精密度分析数据参见附录 A 和附录 B。

表 1 精密度

全铁含量精密度试验水平	重复性 r	再现性 R
25%~72%	$r=0.275\ 7-0.001\ 89m$	0.40%

在重复性条件下,获得的两次独立测试结果差值的绝对值不大于重复性 r ,出现大于重复性 r 的概率不大于 5%;

GB/T 6730.65—2009

在再现性条件下,获得的两次独立测试结果差值的绝对值不大于再现性 R ,出现大于再现性 R 的概率不大于 5%。

8.2.2 分析结果的确定

按照附录 C 中步骤,根据式(1)计算独立重复测量结果,与重复测定允许差(r)进行比较,来确定分析结果。

8.2.3 实验室间精密度

实验室间精密度用以评价两个实验室报告的最终结果之间的一致性。两个实验室按照 8.2.2 中规定的相同步骤报告结果后,按式(2)计算:

$$\mu_{12} = \frac{\mu_1 + \mu_2}{2} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

μ_1 ——实验室 1 报告的最终结果;

μ_2 ——实验室 2 报告的最终结果;

μ_{12} ——最终结果的平均值。

如果 $|\mu_1 - \mu_2| \leq R$ (见 8.2.1),最终结果是一致的。

8.2.4 分析值的验收

分析值的验收使用有证标准样品进行验证。单次测定的实验室最终结果与标准样品标准值 A_c 比较,如下两种情况:

a) $|\mu_c - A_c| \leq 0.7R$,测量值与标准值之间无显著差异;

b) $|\mu_c - A_c| > 0.7R$,测量值与标准值之间有显著差异。

8.2.5 最终结果的计算

最终结果是试样可接受值的算术平均值,在另一种情况下,就是按附录 C 中规定的操作测定。最终结果保留两位小数。

9 试验报告

试验报告应包括下列信息:

- a) 测试实验室名称和地址;
- b) 试验报告发布日期;
- c) 本部分编号;
- d) 试样本身必要的详细说明;
- e) 分析结果;
- f) 标准物质(标准样品)名称;
- g) 测定过程中存在的任何异常情况和在本部分中没有规定的可能对试样或标准物质(标准样品)分析结果产生影响的任何操作。

附 录 A
(资料性附录)
精密度表述

8.2.1 中所述精密度是通过 11 个实验室在 2008 年 8 月~10 月年间对 8 个水平的铁矿石标准样品(见表 A.1)进行分析试验所得结果统计得出的。

表 A.1 试样的全铁量

样 品	铁含量(质量分数)/%	所用方法
GSB03-1834-05 铁矿,水平 1	37.79	7.4.3、7.4.5
磁铁矿 YSBC11701-94,水平 2	44.73	7.4.3、7.4.4、7.4.5
含砷铁矿 YSB14722-98,水平 3	55.25	7.4.1、7.4.2、7.4.3、7.4.4、7.4.5
球团矿 W88307a,水平 4	65.54	7.4.1、7.4.2、7.4.3、7.4.5
铁精矿 GSB03-1694-2004,水平 5	71.79	7.4.1、7.4.2、7.4.3、7.4.4、7.4.5
铁矿 GSBD03-1835-05,水平 6	49.86	7.4.3、7.4.4 分解后分离铜
GBW07224 钒钛磁铁矿,水平 7	32.97	7.4.4
钛精矿 YSBC19716-03,水平 8	36.24	7.4.4

注:统计分析是按 GB/T 6379.2 进行的。

附 录 B
(资料性附录)
精密度分析数据

11 个实验室对 8 个水平铁矿石标准样品进行了方法的精密度试验,分析数据如表 B.1。

表 B.1 11 个实验室的精密度共同试验分析数据

数据组	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5	水平 6	水平 7	水平 8
1	37.913	44.789	55.146	65.558	71.790	50.070	33.111	35.954
	37.886	44.856	55.082	65.640	71.778	49.963	32.916	36.110
	37.800	44.810	55.135	65.491	71.758	50.027	33.032	35.978
2	37.813	44.790	55.060	65.689	71.878	49.986	32.952	35.884
	37.856	44.800	55.148	65.658	71.796	49.846	32.812	35.884
	37.880	44.932	55.135	65.600	71.756	49.846	32.812	36.023
3	37.768	44.820	54.984	65.456	71.669	50.054	32.741	36.371
	37.908	45.030	54.942	65.456	71.637	49.985	32.699	36.301
	37.838	44.960	55.125	65.484	71.739	50.054	32.783	36.301
4	37.699	44.820	55.152	65.344	71.488	49.702	32.812	36.083
	37.699	44.820	55.152	65.275	71.558	49.702	32.812	36.012
	37.629	44.889	55.082	65.344	71.558	49.843	32.952	36.153
5	37.699	45.029	55.152	65.484	71.488	49.776	32.995	36.023
	37.768	44.889	55.222	65.344	71.488	49.986	32.868	35.884
	37.699	44.889	55.152	65.414	71.558	49.776	32.910	35.953
6	37.980	44.873	55.217	65.380	71.693	50.064	33.09	35.995
	37.980	44.941	55.147	65.450	71.763	50.044	33.02	35.926
	37.912	44.805	55.217	65.520	71.763	50.058	32.94	35.912
7	37.908	44.978	55.362	65.624	71.693	50.056	32.812	36.163
	37.838	45.119	55.292	65.554	71.763	49.958	32.700	36.331
	37.838	44.978	55.362	65.624	71.693	50.098	32.770	36.261
8	37.838	45.029	55.012	65.554	71.767	49.958	32.910	36.163
	37.838	44.940	55.152	65.484	71.697	49.846	32.840	36.093
	37.769	44.889	55.152	65.484	71.767	50.028	32.952	36.261
9	37.890	44.820	55.292	65.624	71.907	49.804	32.882	36.065
	37.819	44.959	55.361	65.694	71.977	49.749	33.022	36.135
	37.600	45.029	55.222	65.694	71.977	49.916	32.924	35.995
10	37.852	44.959	55.082	65.494	71.684	—	—	—
	37.824	44.820	55.110	65.494	71.764	—	—	—
	37.783	44.778	55.124	65.368	71.572	—	—	—
11	37.559	44.610	55.003	65.459	71.726	—	—	—
	37.671	44.680	54.962	65.464	71.671	—	—	—
	37.699	44.582	55.070	65.335	71.690	—	—	—
12	37.768	44.667	55.141	65.542	71.890	—	—	—
	37.629	44.610	55.072	65.542	71.960	—	—	—
	37.768	44.792	55.072	65.612	71.960	—	—	—
13	38.111	44.610	55.012	65.624	71.725	—	—	—
	38.022	44.568	55.096	65.652	71.697	—	—	—
	38.005	44.680	54.928	65.708	71.656	—	—	—

表 B.1 (续)

数据组	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5	水平 6	水平 7	水平 8
14	37.838	44.610	54.956	65.596	71.851	—	—	—
	37.866	44.540	55.041	65.568	71.823			
	37.727	44.652	55.012	65.540	71.993			
15	—	—	55.152	65.623	71.558	—	—	—
			55.292	65.554	71.558			
			55.292	65.526	71.628			
16	—	—	55.320	65.444	71.837	—	—	—
			55.222	65.512	71.697			
			55.264	65.512	71.760			
17	—	—	55.168	65.400	71.475	—	—	—
			55.281	65.415	71.421			
			55.236	65.417	71.452			
18	—	—	55.200	65.405	71.420	—	—	—
			55.198	65.420	71.436			
			55.254	65.408	71.458			
19	—	—	55.012	65.442	71.697	—	—	—
			55.110	65.372	71.628			
			55.187	65.484	71.600			
20	—	—	55.152	65.484	71.728	—	—	—
			55.264	65.523	71.837			
			55.124	65.442	71.795			

附录 C
(规范性附录)
试样分析值接受程序流程图

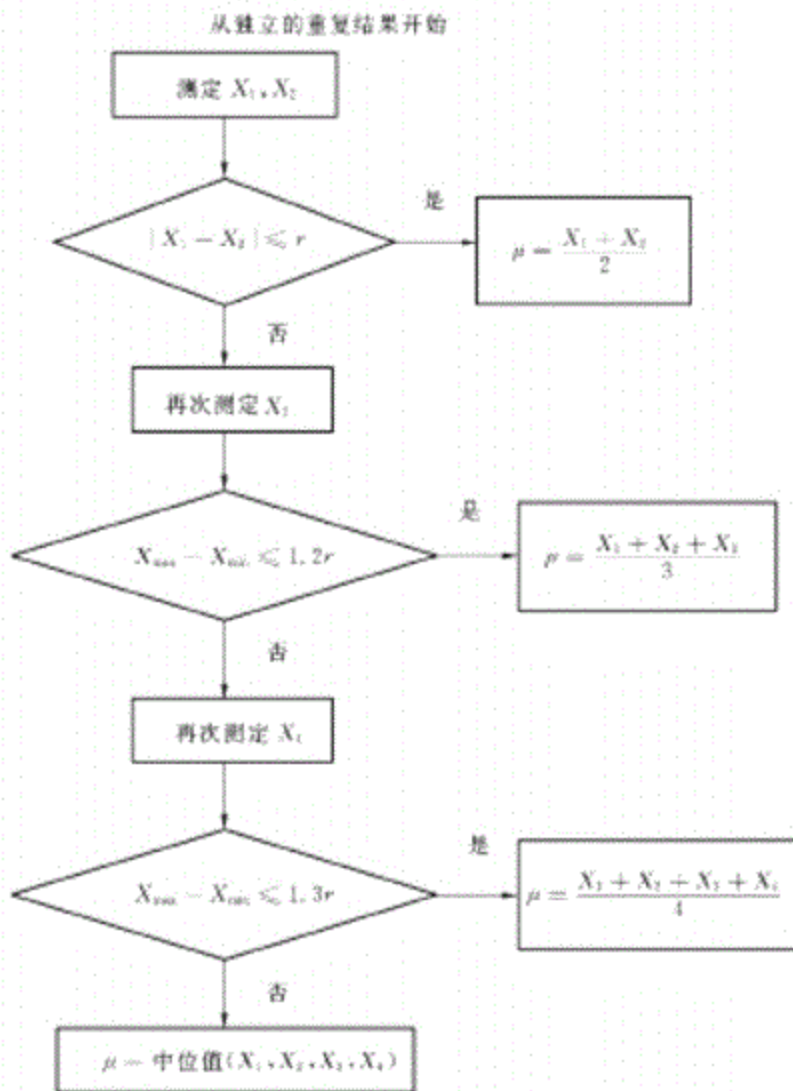


图 C. 1