



中华人民共和国国家标准

GB/T 8704.10—2020

钒铁 硅、锰、磷、铝、铜、铬、镍、钛含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Ferrovanadium—Determination of silicon, manganese, phosphorus, aluminum, copper, chromium, nickel and titanium contents—Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method

2020-06-02 发布

2020-09-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 8704 钒铁分析方法共分为以下 8 个部分¹⁾：

- 钒铁 碳含量的测定 红外线吸收法及气体容量法(GB/T 8704.1)；
- 钒铁 硫含量的测定 红外线吸收法及燃烧中和滴定法(GB/T 8704.3)；
- 钒铁 钒含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法和电位滴定法(GB/T 8704.5)；
- 钒铁 硅含量的测定 硫酸脱水重量法和硅钼蓝分光光度法(GB/T 8704.6)；
- 钒铁 磷含量的测定 钼蓝分光光度法(GB/T 8704.7)；
- 钒铁 铝含量的测定 铬天青 S 分光光度法和 EDTA 滴定法(GB/T 8704.8)；
- 钒铁 锰含量的测定 高碘酸钾光度法和火焰原子吸收光谱法(GB/T 8704.9)；
- 钒铁 硅、锰、磷、铝、铜、铬、镍、钛含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法(GB/T 8704.10)。

本部分为 GB/T 8704 的第 10 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国生铁及铁合金标准化技术委员会(SAC/TC 318)归口。

本部分起草单位：攀钢集团有限公司、河钢承德钒钛新材料有限公司、安徽长江钢铁股份有限公司、广西柳州钢铁集团有限公司、江苏省鑫鑫钢铁集团有限公司、四川省攀枝花市出入境检验检疫局、国家钒钛制品质量监督检验中心、交城义望铁合金有限责任公司、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人：冯宗平、杨新能、周开著、李兰杰、陈荣、沈敏、任小青、张克坦、李小青、罗平、成勇、黄芝敏、刘雅健、羊绍松、徐本平、王立霞、王浩宇、刘祖强、李秀峰、王娟、方霖、王勇、卢春生。

1) GB/T 8704.2—1988、GB/T 8704.4—1988 已经废止。

钒铁
硅、锰、磷、铝、铜、铬、镍、钛含量的测定
电感耦合等离子体原子发射光谱法

警示——使用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条件。

1 范围

GB/T 8704 的本部分规定了电感耦合等离子体发射光谱法测定硅、锰、磷、铝、铜、铬、镍、钛的含量。

本部分适用于钒铁中硅、锰、磷、铝、铜、铬、镍、钛含量的测定,各元素测定范围见表 1。



表 1 各元素测定范围

测定元素	含量范围(质量分数)/%	测定元素	含量范围(质量分数)/%
硅	0.10~5.00	铜	0.010~0.20
锰	0.010~1.20	铬	0.010~1.20
磷	0.010~0.20	镍	0.010~0.40
铝	0.10~5.00	钛	0.010~1.00

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备

GB/T 6379.1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第 1 部分:总则与定义

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

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶

GB/T 12807 实验室玻璃仪器 分度吸量管

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管

3 原理

试料用硝酸-盐酸低温溶解,残渣以碳酸钠-硼酸混合熔剂熔融,盐酸浸取。试液经电感耦合等离子体发射光谱仪雾化进样系统将试液引入等离子体内,在高温作用下试样溶液中的待测元素被蒸发、解离、原子化并被激发发射出各自的特征光谱,经分光系统色散后,检测其特征谱线的信号强度,以对应校

准曲线的回归方程式计算被测组分在试液中的浓度,再换算为试样中的组分含量。

4 试剂与材料

分析中除另有说明外,仅使用认可的优级纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的二级及二级以上蒸馏水或其纯度相当的水。

4.1 五氧化二钒,纯度不低于 99.99%。

4.2 铁粉,纯度不低于 99.99%。

4.3 混合熔剂,无水碳酸钠与硼酸质量比为 2 : 1,研细,混匀,置于干燥器中保存。

4.4 硝酸,1+1。

4.5 盐酸,1+1。

4.6 标准储备溶液:

a) 硅标准储备溶液,1.0 mg/mL。

称取 2.139 2 g 预先在 1 000 °C 灼烧 1 h 并于干燥器中冷却至室温的二氧化硅(纯度不低于 99.99%),置于预先盛有 3 g 无水碳酸钠的铂坩埚(5.3)中,搅匀并覆盖 1 g~2 g 无水碳酸钠,于高温炉内低温加热,再升温至 950 °C 高温熔融至透明,继续加热熔融 3 min~5 min,取出、冷却。移入盛有冷水的聚四氟乙烯烧杯中浸取,低温加热至熔块完全溶解。取出坩埚,用水洗净坩埚,冷却,移入 1 L 容量瓶定容,贮存于聚四氟乙烯试剂瓶中,此溶液 1 mL 含 1.0 mg 硅。

b) 磷标准储备溶液,1.0 mg/mL。

称取 4.393 6 g 预先在 105 °C 灼烧 1 h 并于干燥器中冷却至室温的磷酸二氢钾(纯度不低于 99.99%),置于 500 mL 烧杯中,加入适量水加热煮沸溶解完全,冷却至室温后转移到 1 L 容量瓶,定容,此溶液 1 mL 含 1.0 mg 磷。

c) 铝标准储备溶液,1.0 mg/mL。

称取 1.000 0 g 的金属铝(纯度不低于 99.99%),置于 500 mL 烧杯中,加入 100 mL 盐酸(1+1)加热溶解完全,冷却至室温后转移到 1 L 容量瓶,定容,此溶液 1 mL 含 1.0 mg 铝。

d) 锰标准储备溶液,1.0 mg/mL。

准确称取 1.000 0 g 的金属锰(纯度不低于 99.99%),置于 500 mL 烧杯中,加入 50 mL 硝酸(1+2)加热溶解完全,煮沸驱尽氮氧化物,冷却至室温后转移到 1 L 容量瓶,定容,此溶液 1 mL 含 1.0 mg 锰。

e) 铜标准储备溶液,1.0 mg/mL。

称取 1.000 0 g 的金属铜粉(纯度不低于 99.99%),置于 500 mL 烧杯中,加入 50 mL 硝酸(1+1)加热溶解完全,冷却至室温后转移到 1 L 容量瓶,定容,此溶液 1 mL 含 1.0 mg 铜。

f) 铬标准储备溶液,1.0 mg/mL。

称取 1.000 0 g 的金属铬粉(纯度不低于 99.99%),置于 500 mL 烧杯中,加入 100 mL 盐酸(1+1)加热溶解完全,冷却至室温后转移到 1 L 容量瓶,定容,此溶液 1 mL 含 1.0 mg 铬。

g) 镍标准储备溶液,1.0 mg/mL。

称取 1.000 0 g 的金属镍粉(纯度不低于 99.99%),置于 500 mL 烧杯中,加入 50 mL 硝酸(1+1)加热溶解完全,冷却至室温后转移到 1 L 容量瓶,定容,此溶液 1 mL 含 1.0 mg 镍。

h) 钛标准储备溶液,1.0 mg/mL。

称取 1.000 0 g 的金属钛粉(纯度不低于 99.99%),置于 500 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 5 mL 氢氟酸,5 mL 硝酸,加热溶解完全,冷却后加入 20 mL 硫酸低温加热蒸发至冒硫酸烟,冷却至室温后用稀硫酸(5+95)转移到 1 L 容量瓶,定容,此溶液 1 mL 含 1.0 mg 钛。

5 仪器

5.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪

可以使用任何型号的电感耦合等离子体原子发射光谱仪,根据制造商的建议和实验室定量分析操作来初始调节电感耦合等离子体原子发射光谱仪,并按 7.4.3 优化后,按附录 A 进行性能试验,并且达到下列技术要求:

- a) 本部分不指定特殊的分析谱线,推荐使用的分析谱线参见附录 B 中的表 B.1。在使用时,应根据仪器特点仔细检查谱线的背景校正位置以及光谱干扰情况。
- b) 每条使用的分析谱线的带宽,带宽应小于 0.03 nm。
- c) 较短时间内连续测量待测元素的校准曲线的最高浓度的绝对强度或相对强度 11 次,计算测量的绝对强度或相对强度的相对标准偏差不应超过 0.5%。
- d) 每隔 20 min 测量待测元素的校准曲线的最高浓度的绝对强度或相对强度 11 次,计算测量的绝对强度或相对强度的相对标准偏差不应超过 1%。
- e) 校准曲线的线性通过计算相关系数进行检查,相关系数要求应大于 0.999。

5.2 容量瓶和吸量管

分析中所用的容量瓶、吸量管应分别符合 GB/T 12806、GB/T 12807 和 GB/T 12808 的要求。

5.3 铂坩埚

30 mL。

6 取制样

按照 GB/T 4010 的规定进行试样的采取和制备,试样应全部通过 0.180 mm 筛孔。

7 分析步骤

7.1 测定次数

对同一试样,至少独立测定 2 次。

7.2 试料

称取试样 0.50 g,精确到 0.000 1 g。

7.3 空白试验

随同试料做空白试验测定,所用试剂应取自同一试剂瓶。

7.4 测定

7.4.1 试液的制备

7.4.1.1 试料溶解

将试料(7.2)置于 150 mL 锥形瓶中,以适量水冲洗瓶壁并润散,加入 20 mL 硝酸(4.4)低温加热溶

解,溶解过程中用水冲洗锥形瓶,使溶液体积保持在 25 mL 左右,当液面冒大气泡后取下,加 10 mL 盐酸(4.5),低温加热 2 min~3 min,取下稍冷,用少量水冲洗瓶壁后趁热用定量滤纸过滤,残渣以热水冲洗干净,滤液收集于 200 mL 容量瓶作为主液保存。

7.4.1.2 残渣处理

将残渣连同滤纸转移至铂坩埚(5.3)内,置于 650 °C 高温炉中灰化处理后,加入 0.3 g 混合熔剂(4.3),在 950 °C 高温炉中熔融 15 min,取出,冷却。

向铂坩埚(5.3)加入 10 mL 盐酸(4.5),低温加热浸取熔融物,完全溶解后洗净坩埚,转移至主液(7.4.1.1)合并,定容。

7.4.2 校准曲线溶液的制备

7.4.2.1 基体溶液的制备

按表 2 称取 6 组五氧化二钒(4.1)和铁粉(4.2),分别置于 6 个 150 mL 锥形瓶中,以约 10 mL 水冲洗瓶壁并润散,加入 10 mL 盐酸(4.5)低温加热溶解,分解过程中用水冲洗锥形瓶,使溶液体积保持在 50 mL 左右,待样品基本溶解,加 20 mL 硝酸(4.4),低温加热 2 min~3 min,取下冷却。以下按 7.4.1.1 过滤并将滤液收集于 200 mL 容量瓶作为主液保存,按 7.4.1.2 处理残渣的溶液转移至主液合并,作为校准溶液的基体溶液。

表 2 基体物质的量

钒含量(质量分数)/%	五氧化二钒/g	铁粉/g
35.00~65.00	0.446 3	0.25
>65.00	0.714 1	0.10

7.4.2.2 校准曲线溶液的制备

于 6 个盛有基体溶液(7.4.2.1)的 200 mL 容量瓶中,加入适量各元素的标准溶液配制成系列校准溶液,定容。推荐的校准曲线各元素溶液浓度见表 3。

表 3 推荐校准曲线系列溶液

单位为微克每毫升

序号	元素							
	Si	Mn	P	Al	Cu	Cr	Ni	Ti
1	0	0	0	0	0	0	0	0
2	125.0	0.25	0.25	2.5	0.25	0.25	0.25	0.25
3	75.0	2.5	2.5	10.0	2.5	2.5	2.5	2.5
4	25.0	10.0	5.0	25.0	5.0	10.0	5.0	7.5
5	10.0	15.0	7.5	75.0	7.5	15.0	7.5	12.5
6	2.5	30.0	10.0	125.0	10.0	30.0	10.0	25.0

7.4.3 仪器的准备和确认

按照仪器操作规程开启等离子体光谱仪及其附属设备,点燃等离子体,直至仪器稳定运行。

测量浓度最高的校准溶液,根据仪器制造商所提供的操作程序和指南,为每个待测元素选择适宜分析谱线、背景校正位置,以及采集数据信号的积分位置、区域、时间等检测参数。然后调节设定等离子体原子发射光谱仪的功率、载气流速、雾化器压力、蠕动泵速度等仪器工作条件(参见表 B.2)。

检查 5.1 a)~5.1 d)中要求的各项仪器性能指标。

7.4.4 校准曲线的绘制

仪器稳定后,在确定的仪器工作条件下,分别依次测量校准曲线系列溶液中各元素在分析线处的光谱强度,每次测量之间吸入水冲洗,试液至少应重复测量 3 次。以净强度或净强度比为横坐标、校准溶液的浓度($\mu\text{g/mL}$ 或质量分数)为纵坐标绘制校准曲线。计算相关系数,相关系数要求应符合 5.1e)。

最初校准曲线建立以后,可以使用最高浓度点和最低浓度点两个校准溶液进行两点再校正程序后立即进行试样的分析。

7.4.5 试液的测定

在与 7.4.4 相同条件下,将空白试液(7.3)和待测试液(7.4.1)依次引入 ICP 光谱仪进行测量,每次测量之间吸入水冲洗,试液至少应重复测量 3 次。

计算机采集所测定的试样溶液中待测元素的净强度,然后通过所建立的工作曲线自动计算出元素在溶液中的含量。

8 分析结果的计算及表示

8.1 分析结果的计算

根据试液的光谱强度值从校准曲线的回归方程中分别计算各元素的浓度值,按式(1)计算被测元素 M 的含量 w_M ,以质量分数(%)表示。

$$w_M = \frac{V \times (c - c_0) \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

w_M ——待测元素含量,%;

V ——被测试液的体积,单位为毫升(mL);

c ——试液中待测元素浓度值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

c_0 ——空白试液中待测元素浓度值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

m ——试料质量,单位为克(g)。

8.2 分析结果的确定和表示

同一试样两次独立分析结果差值的绝对值不大于重复性限 r ,则取算术平均值作为分析结果。如果两次独立分析结果差值的绝对值大于重复性限 r ,则按照附录 C 的规定追加测量次数并确定分析结果。

分析结果按 GB/T 8170 修约,当含量低于 1%时,修约至小数点后三位;当含量不小于 1%时,修约至小数点后两位。

9 精密度

本部分的精密度试验是在 2017 年由 10 个实验室,对 6 个水平的硅等 8 个元素进行测定;每个实验室对每个水平的待测元素含量在 GB/T 6379.1 规定的重复性条件下独立测定 2 次。

共同试验数据按 GB/T 6379.2 进行统计分析,统计结果表明,硅等 8 个元素质量分数与其重复性限 r 和再现性限 R 间分别存在函数关系,函数关系式见表 4。各实验室报出的原始数据参见附录 D。

表 4 精密度函数关系式

%

测定元素	元素的质量分数	重复性限 r	再现性限 R
硅	0.10~5.00	$\lg r = 0.365\ 6 \lg X - 1.536$	$\lg R = 0.331\ 5 \lg X - 1.031$
锰	0.010~1.20	$r = 0.034\ 1 X + 0.004\ 8$	$\lg R = 0.479\ 8 \lg X - 1.185$
磷	0.010~0.20	$r = 0.039\ 8 X + 0.002\ 0$	$R = 0.137 X + 0.003\ 9$
铝	0.10~5.00	$r = 0.029\ 3 X + 0.003\ 1$	$\lg R = 0.746\ 8 \lg X - 0.964$
铜	0.010~0.20	$r = 0.035\ 3 X + 0.001\ 0$	$R = 0.096\ 51 X + 0.002\ 6$
铬	0.010~1.20	$r = 0.007\ 9 X + 0.009\ 2$	$R = 0.019\ 0 X + 0.013\ 9$
镍	0.010~0.40	$r = 0.016\ 1 X + 0.002\ 2$	$\lg R = 0.560\ 3 \lg X - 1.362$
钛	0.010~1.00	$r = 0.042\ 2 X + 0.001\ 7$	$\lg R = 0.59 \lg X - 1.301$
注: X ——试样中的元素含量, %。			

10 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- 实验室名称和地址;
- 试验报告发布日期;
- 本部分标准编号;
- 样品识别必要的详细说明;
- 分析结果;
- 结果的测定次数;
- 测定过程中存在的任何异常特性以及本部分中未规定而可能对试样或认证标样的分析结果产生影响的任何操作。

附 录 A
(规范性附录)
等离子体光谱仪性能试验

A.1 目的

本附录中给出的性能试验目的在于使用不同类型的仪器对等离子体光谱仪的性能进行适当的测定,允许不同的仪器使用不同的操作条件,但等离子体光谱仪最终能产生一致的结果。

整个性能试验步骤用三个基本参数考核:检测限(DL)、背景等效浓度(BEC)和短期精密度(RSD)。

注:对于试样溶液中元素浓度高于 $5\,000 \times \text{DL}$,RSD 是唯一需要评价的性能参数。

需要试验的元素列入表 A.1。

表 A.1 建议的检测限

元 素	DL/($\mu\text{g}/\text{mL}$)
Si	≤ 0.10
Mn	≤ 0.05
P	≤ 0.05
Al	≤ 0.10
Cu	≤ 0.05
Ni	≤ 0.05
Cr	≤ 0.05
Ti	≤ 0.05

A.2 定义

A.2.1 检测限(DL):当元素产生最小浓度信号时,可以认为超出了任何带有一定规定等级的伪背景信号;另一方面,元素浓度产生信号是背景水平值标准偏差的三倍。

A.2.2 背景等效浓度(BEC):是产生与背景强度值相等的净强度相当于分析元素的浓度;是对给定波长灵敏度的度量。

A.2.3 短期精密度(RSD):在测定条件下所得仪器的一系列读数的相对标准偏差。

A.3 背景等效浓度和检测限

制备 3 份溶液,含待测元素浓度分别为:0 浓度水平,10 倍检测限,1 000 倍检测限。这些溶液含有与待测样品相似浓度的酸、基体元素。

制备参比溶液的检测限可以是实验室值或是表 A.1 中给出的估计值。

应按制造商的建议和实验室定量分析的实践经验对等离子体光谱仪进行最初的调节。吸入空白液并取 10 次强度读数。对另外两种参比溶液重复此操作。

按式(A.1)计算分析曲线的斜率:

$$M = C_2 / (I_2 - I_b) \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

M ——分析曲线的斜率；

C_2 ——10 倍检测限溶液的浓度，单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)；

I_2 ——10 倍检测限溶液 10 次原始强度读数的平均值；

I_b ——空白溶液 10 次强度读数的平均值。

按式(A.2)计算检测限(DL)，单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)：

$$DL = 3S_b M \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

S_b ——10 次空白强度读数的标准偏差。

按式(A.3)计算背景等效浓度(BEC)：

$$BEC = M \times I_b \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中：

BEC——背景等效浓度，单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)。

按式(A.4)从原始平均强度(I_3)与空白平均强度 I_b 的差值来计算 1 000 倍检测限溶液的净平均强度(IN_3)：

$$IN_3 = I_3 - I_b \quad \dots\dots\dots (A.4)$$

式中：

I_3 ——1 000 倍检测限溶液 10 次原始强度读数的平均值。

按式(A.5)计算 1 000 倍检测限溶液的净强度相对标准偏差：

$$RSDN_{\min} = \frac{\sqrt{S_3^2 + S_b^2}}{IN_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots (A.5)$$

式中：

S_3 ——1 000 倍检测限溶液的 10 次强度读数的标准偏差。

$RSDN_{\min}$ 是元素浓度为 $1\,000 \times DL$ 溶液的估计值。

附 录 B
(资料性附录)

等离子体原子发射光谱仪的工作条件参数

表 B.1 和表 B.2 分别给出了推荐的分析谱线和全谱直读等离子体原子发射光谱仪的工作条件参数。

表 B.1 推荐的分析谱线

元 素	波 长/nm
Si	221.667、251.611
Mn	293.930
P	178.284、213.618
Al	396.152
Cu	324.754、327.396
Ni	231.604
Cr	267.716
Ti	334.941、336.121

表 B.2 推荐的工作参数

RF 功率 W	观测高度 mm	辅助气流量 L/min	泵速 r/min	积分时间 s		雾化器压力 MPa
				≥260 nm	<260 nm	
1 150	11.5	1.0	58	15	20	0.20

附 录 C
(规范性附录)
试验样分析值接受程序流程图

图 C.1 为试验样分析值接受程序流程图。

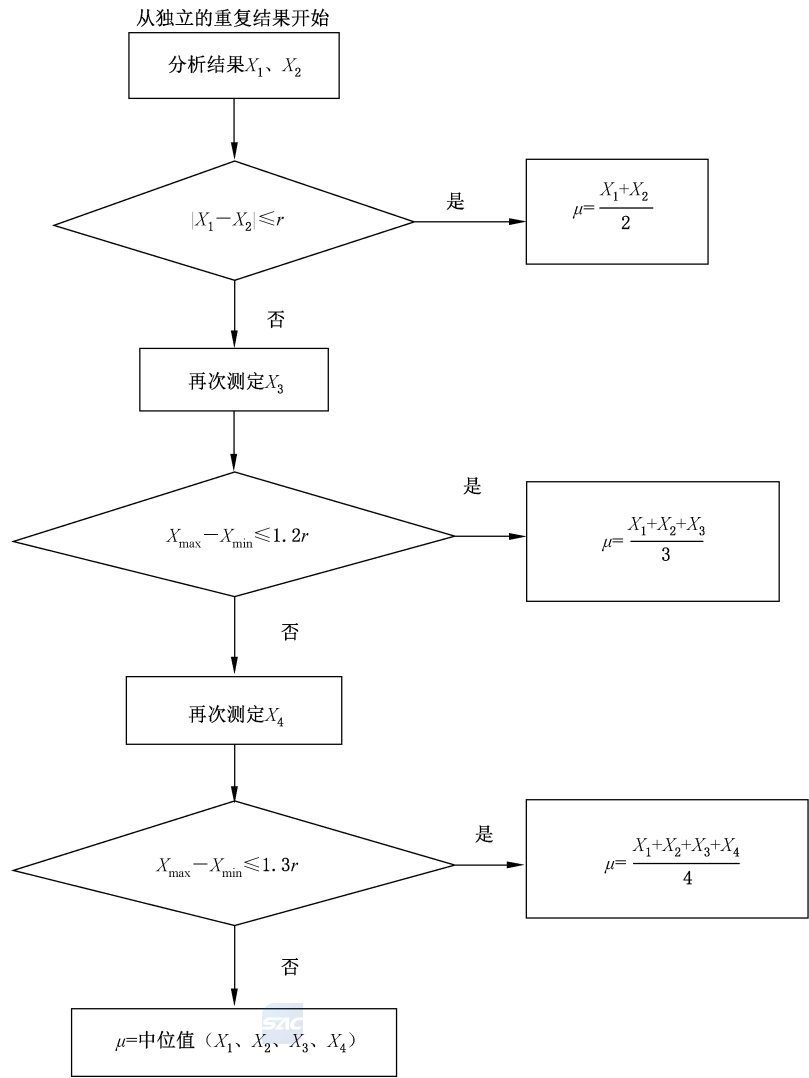


图 C.1 试验样分析值接受程序流程图

附 录 D
(资料性附录)
精密度试验原始数据

精密度试验原始数据见表 D.1～表 D.8。

表 D.1 硅含量的测定精密度试验原始数据

实验室 <i>i</i>	水平 <i>j</i>					
	1	2	3	4	5	6
A	0.672	0.853	1.33	1.31	1.79	5.78
	0.671	0.844	1.35	1.35	1.80	5.75
B	0.665	0.845	1.40	1.31	1.80	5.77
	0.660	0.852	1.39	1.32	1.81	5.80
C	0.635	0.840	1.28	1.34	1.77	5.85
	0.642	0.849	1.30	1.35	1.76	5.86
D	0.662	0.871	1.37	1.32	1.78	5.64
	0.660	0.863	1.35	1.33	1.78	5.64
E	0.638	0.840	1.35	1.35	1.83	5.83
	0.644	0.836	1.40	1.36	1.81	5.80
F	0.660	0.804	1.33	1.28	1.86	5.76
	0.644	0.819	1.32	1.30	1.85	5.75
G	0.680	0.828	1.39	1.29	1.77	5.79
	0.702	0.818	1.40	1.28	1.76	5.78
H	0.625	0.812	1.30	1.26	1.72	5.64
	0.645	0.793	1.30	1.24	1.69	5.68
I	0.654	0.916	1.43	1.39	1.90	5.66
	0.669	0.919	1.39	1.38	1.88	5.68
J	0.630	0.870	1.33	1.36	1.78	5.68
	0.630	0.860	1.30	1.37	1.76	5.72

表 D.2 锰含量的测定精密度试验原始数据

实验室 <i>i</i>	水平 <i>j</i>					
	1	2	3	4	5	6
A	0.116	0.156	0.220	0.266	0.308	1.50
	0.118	0.157	0.221	0.270	0.307	1.48

表 D.2 (续)

实验室 <i>i</i>	水平 <i>j</i>					
	1	2	3	4	5	6
B	0.117	0.160	0.222	0.260	0.311	1.50
	0.116	0.161	0.224	0.259	0.311	1.51
C	0.110	0.148	0.215	0.255	0.295	1.46
	0.112	0.140	0.217	0.257	0.298	1.45
D	0.117	0.157	0.221	0.268	0.303	1.44
	0.117	0.158	0.223	0.268	0.307	1.46
E	0.126	0.160	0.235	0.283	0.304	1.53
	0.129	0.162	0.231	0.283	0.309	1.49
F	0.115	0.145	0.199	0.256	0.307	1.46
	0.108	0.140	0.210	0.266	0.318	1.42
G	0.129	0.162	0.208	0.285	0.289	1.47
	0.135	0.169	0.214	0.280	0.298	1.47
H	0.122	0.151	0.202	0.255	0.274	1.45
	0.115	0.145	0.215	0.261	0.302	1.48
I	0.119	0.154	0.229	0.285	0.323	1.47
	0.124	0.160	0.229	0.287	0.322	1.46
J	0.120	0.170	0.250	0.300	0.288	1.47
	0.120	0.170	0.250	0.300	0.302	1.46

表 D.3 磷含量的测定精密度试验原始数据

实验室 <i>i</i>	水平 <i>j</i>					
	1	2	3	4	5	6
A	0.025	0.024	0.037	0.029	0.033	0.057
	0.025	0.021	0.035	0.030	0.035	0.060
B	0.023	0.023	0.035	0.030	0.034	0.059
	0.022	0.022	0.036	0.030	0.033	0.060
C	0.021	0.020	0.035	0.025	0.030	0.063
	0.021	0.020	0.035	0.026	0.030	0.063
D	0.021	0.022	0.039	0.028	0.032	0.055
	0.021	0.022	0.040	0.029	0.032	0.054
E	0.023	0.028	0.040	0.032	0.038	0.064
	0.027	0.026	0.037	0.031	0.036	0.067

表 D.3 (续)

实验室 i	水平 j					
	1	2	3	4	5	6
F	0.025	0.023	0.033	0.032	0.035	0.063
	0.021	0.022	0.032	0.033	0.036	0.061
G	0.027	0.025	0.040	0.027	0.039	0.055
	0.026	0.026	0.039	0.026	0.040	0.057
H	0.028	0.024	0.038	0.027	0.033	0.057
	0.026	0.022	0.038	0.026	0.031	0.056
I	0.025	0.022	0.034	0.026	0.034	0.070
	0.026	0.024	0.035	0.024	0.031	0.064
J	0.019	0.019	0.036	0.025	0.029	0.054
	0.019	0.019	0.035	0.026	0.029	0.055

表 D.4 铝含量的测定精密度试验原始数据

实验室 i	水平 j					
	1	2	3	4	5	6
A	4.83	3.20	2.15	0.402	0.059	0.042
	4.84	3.17	2.12	0.410	0.060	0.043
B	4.90	3.20	2.12	0.415	0.058	0.035
	4.88	3.16	2.10	0.422	0.060	0.036
C	4.79	2.97	2.02	0.366	0.055	0.038
	4.79	2.96	2.02	0.371	0.055	0.036
D	4.92	3.11	2.00	0.390	0.054	0.036
	4.93	3.14	2.00	0.402	0.057	0.038
E	4.96	3.25	2.19	0.410	0.063	0.046
	4.94	3.20	2.15	0.412	0.064	0.042
F	5.08	3.22	2.14	0.400	0.065	0.043
	5.09	3.23	2.23	0.411	0.066	0.044
G	5.04	3.24	2.18	0.429	0.065	0.042
	5.01	3.27	2.16	0.432	0.063	0.042
H	4.83	3.16	2.06	0.392	0.054	0.035
	4.78	3.11	1.98	0.375	0.058	0.037
I	4.88	3.28	2.21	0.429	0.064	0.037
	5.01	3.29	2.15	0.425	0.066	0.035

表 D.4 (续)

实验室 <i>i</i>	水平 <i>j</i>					
	1	2	3	4	5	6
J	4.86	2.99	2.19	0.390	0.067	0.038
	4.93	2.97	2.11	0.390	0.062	0.041

表 D.5 铜含量的测定精密度试验原始数据

实验室 <i>i</i>	水平 <i>j</i>					
	1	2	3	4	5	6
A	0.011	0.079	0.022	0.060	0.054	0.034
	0.010	0.081	0.023	0.061	0.055	0.035
B	0.009	0.082	0.023	0.056	0.055	0.037
	0.009	0.082	0.024	0.056	0.055	0.036
C	0.011	0.082	0.020	0.055	0.045	0.032
	0.011	0.082	0.020	0.055	0.045	0.034
D	0.007	0.076	0.023	0.055	0.056	0.038
	0.007	0.076	0.024	0.055	0.056	0.038
E	0.009	0.085	0.024	0.062	0.055	0.035
	0.010	0.085	0.024	0.062	0.055	0.035
F	0.010	0.081	0.023	0.059	0.050	0.035
	0.010	0.081	0.023	0.059	0.050	0.036
G	0.010	0.080	0.025	0.063	0.058	0.033
	0.010	0.075	0.026	0.062	0.056	0.035
H	0.011	0.076	0.026	0.057	0.051	0.034
	0.012	0.080	0.024	0.056	0.050	0.034
I	0.011	0.078	0.024	0.059	0.058	0.036
	0.010	0.074	0.023	0.057	0.054	0.035
J	0.008	0.077	0.023	0.057	0.053	0.033
	0.007	0.075	0.022	0.057	0.053	0.033

表 D.6 镍含量的测定精密度试验原始数据

实验室 <i>i</i>	水平 <i>j</i>					
	1	2	3	4	5	6
A	0.011	0.025	0.018	0.051	0.021	0.458
	0.011	0.024	0.017	0.052	0.020	0.462

表 D.6 (续)

实验室 i	水平 j					
	1	2	3	4	5	6
B	0.010	0.025	0.018	0.053	0.022	0.467
	0.010	0.026	0.019	0.053	0.022	0.468
C	0.009	0.025	0.019	0.051	0.019	0.451
	0.009	0.024	0.019	0.051	0.020	0.446
D	0.011	0.024	0.020	0.051	0.021	0.446
	0.010	0.024	0.020	0.051	0.021	0.447
E	0.011	0.030	0.022	0.057	0.025	0.466
	0.011	0.024	0.021	0.056	0.020	0.470
F	0.009	0.025	0.016	0.049	0.023	0.455
	0.008	0.026	0.017	0.049	0.022	0.461
G	0.011	0.026	0.020	0.055	0.019	0.468
	0.011	0.026	0.019	0.056	0.020	0.474
H	0.009	0.023	0.017	0.051	0.019	0.455
	0.010	0.021	0.017	0.050	0.020	0.448
I	0.010	0.027	0.019	0.048	0.018	0.330
	0.011	0.030	0.019	0.050	0.019	0.335
J	0.009	0.022	0.016	0.047	0.018	
	0.011	0.025	0.018	0.051	0.021	

表 D.7 铬含量的测定精密度试验原始数据

实验室 i	水平 j					
	1	2	3	4	5	6
A	0.158	0.185	0.114	0.171	0.099	0.784
	0.158	0.181	0.112	0.173	0.098	0.790
B	0.150	0.178	0.112	0.184	0.090	0.765
	0.151	0.176	0.114	0.182	0.093	0.761
C	0.148	0.180	0.104	0.178	0.101	0.786
	0.150	0.181	0.103	0.176	0.103	0.784
D	0.156	0.179	0.121	0.168	0.099	0.784
	0.156	0.179	0.120	0.168	0.100	0.783
E	0.160	0.191	0.112	0.174	0.103	0.795
	0.163	0.192	0.118	0.180	0.101	0.791

表 D.7 (续)

实验室 <i>i</i>	水平 <i>j</i>					
	1	2	3	4	5	6
F	0.147	0.188	0.114	0.169	0.100	0.766
	0.151	0.182	0.129	0.181	0.106	0.779
G	0.158	0.192	0.118	0.168	0.100	0.772
	0.160	0.190	0.120	0.165	0.104	0.780
H	0.154	0.178	0.100	0.163	0.097	0.766
	0.156	0.180	0.112	0.162	0.095	0.770
I	0.153	0.175	0.120	0.186	0.099	0.789
	0.166	0.189	0.118	0.176	0.099	0.778
J	0.160	0.176	0.119	0.178	0.095	0.781
	0.170	0.186	0.121	0.178	0.096	0.771

表 D.8 钛含量的测定精密度试验原始数据

实验室 <i>i</i>	水平 <i>j</i>					
	1	2	3	4	5	6
A	0.044	0.130	0.033	0.044	0.0080	0.342
	0.044	0.128	0.032	0.045	0.0070	0.348
B	0.044	0.125	0.033	0.043		0.348
	0.044	0.129	0.034	0.043		0.343
C	0.044	0.131	0.035	0.043	0.0060	0.361
	0.044	0.131	0.035	0.043	0.0060	0.362
D	0.042	0.123	0.033	0.041	0.0070	0.335
	0.042	0.124	0.033	0.041	0.0080	0.336
E	0.045	0.136	0.035	0.045	0.0090	0.362
	0.055	0.130	0.034	0.045	0.0080	0.360
F	0.041	0.131	0.028	0.044	0.0070	0.339
	0.041	0.136	0.026	0.043	0.0060	0.326
G	0.045	0.132	0.035	0.046	0.0080	0.345
	0.048	0.130	0.034	0.047	0.0090	0.348
H	0.039	0.119	0.032	0.043	0.0070	0.333
	0.040	0.126	0.031	0.041	0.0060	0.341
I	0.043	0.128	0.032	0.046	0.0080	0.360
	0.044	0.132	0.033	0.045	0.0080	0.362

表 D.8（续）

实验室 <i>i</i>	水平 <i>j</i>					
	1	2	3	4	5	6
J	0.038	0.123	0.029	0.046	0.0070	0.355
	0.046	0.125	0.027	0.040	0.0060	0.347

