



中华人民共和国国家标准

GB/T 24583.8—2019
代替 GB/T 24583.8—2009

钒氮合金 硅、锰、磷、铝含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Vanadium-nitrogen—Determination of silicon, manganese, phosphorus, aluminum
content—Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method

2019-06-04 发布

2020-05-01 实施

国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 24583 钒氮合金的分析方法共分为 8 个部分：

- GB/T 24583.1 钒氮合金 钒含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法；
- GB/T 24583.2 钒氮合金 氮含量的测定 惰性气体熔融热导法；
- GB/T 24583.3 钒氮合金 氮含量的测定 蒸馏-中和滴定法；
- GB/T 24583.4 钒氮合金 碳含量的测定 红外线吸收法；
- GB/T 24583.5 钒氮合金 磷含量的测定 铋磷钼蓝分光光度法；
- GB/T 24583.6 钒氮合金 硫含量的测定 红外线吸收法；
- GB/T 24583.7 钒氮合金 氧含量的测定 红外线吸收法；
- GB/T 24583.8 钒氮合金 硅、锰、磷、铝含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 24583 的第 8 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 24583.8—2009《钒氮合金 硅、锰、磷、铝含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》。本部分与 GB/T 24583.8—2009 相比，主要技术变化如下：

- 修改了磷的测定范围(见第 1 章，2009 年版的第 1 章)；
- 修改了“规范性引用文件”(见第 2 章，2009 年版的第 2 章)；
- 增加了 3 组标准溶液配制(见 4.8、4.9、4.10)；
- 修改了试样的采取和制备方法(见第 6 章，2009 年版的第 6 章)；
- 修改了碳酸钾-硼酸混合熔剂的用量(见 7.4.1.2，2009 年版的 7.4)；
- 修改了校准溶液的制备(见 7.4.2，2009 年版的 7.5)；
- 修改了分析结果的确定和表示(见第 8 章，2009 年版的第 8 章)；
- 用实验室间精密度共同试验数据统计的重复性限 r 和再现性限 R 代替了允许差(见第 9 章，2009 年版的第 9 章)。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国生铁和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、河钢股份有限公司承德分公司、国家钒钛制品质量监督检验中心、攀钢集团钒钛资源股份有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人：成勇、袁金红、郑小敏、李兰杰、杨新能、钟华、章伟、周开著、刘雅健、但娟、冯宗平、王浩宇、卢春生、徐本平、何其平、魏芳。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 24583.8—2009。

钒氮合金 硅、锰、磷、铝含量的测定

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 24583 的本部分规定了电感耦合等离子体原子发射光谱法测定钒氮合金中的硅、锰、磷、铝含量。

本部分适用于钒氮合金中硅、锰、磷、铝含量的测定。测定范围(质量分数):硅、铝:0.010%~1.00%;锰:0.010%~0.500%;磷:0.010%~0.100%。

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 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

GB/T 20567 钒氮合金

3 原理

以硝酸加热将大部分试料溶解后,过滤,滤液作为主液保存;残渣灼烧后用碳酸钾-硼酸混合熔剂熔融、盐酸浸取,所得溶液与主液合并,定容。将试液引入电感耦合等离子体原子发射光谱仪,测量各元素相应波长的强度,根据校准曲线回归方程计算出各待测元素的含量。

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去离子水或纯度相当的水。

4.1 五氧化二钒,纯度不低于 99.99%。

4.2 碳酸钾-硼酸混合熔剂。

将研细的无水碳酸钾与硼酸按质量比 1:1 混匀,置于干燥器中保存。

4.3 硝酸, $\rho=1.42$ g/mL。

4.4 盐酸, $\rho=1.19$ g/mL。

4.5 盐酸, 1+1。

4.6 标准储备溶液

4.6.1 硅标准储备溶液, 1.00 mg/mL。

称取 1.069 7 g 预先在 105 °C~110 °C 烘干 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 6 g 无水碳酸钾的铂坩埚(见 5.3)中, 搅匀并覆盖少量无水碳酸钾, 于 900 °C 马弗炉中熔融 15 min, 取出冷却, 置于 400 mL 聚四氟乙烯烧杯中, 用热水浸出熔块并使其溶解, 用水洗净坩埚, 冷却, 移入 500 mL 容量瓶中, 用水稀释到刻度, 摇匀, 再移入 500 mL 塑料瓶中备用。此溶液 1 mL 含 1.00 mg 硅。

4.6.2 铝标准储备溶液, 1.00 mg/mL。

称取 0.500 0 g 金属铝(纯度不低于 99.99 %)于 250 mL 烧杯中, 加 100 mL 盐酸(见 4.5)于低温电热板上加热至溶解完全, 冷却后, 移入 500 mL 容量瓶, 用水稀释到刻度, 摇匀。此溶液 1 mL 含 1.00 mg 铝。

4.6.3 磷标准储备溶液, 1.00 mg/mL。

称取 2.196 8 g 预先在 105 °C~110 °C 烘干 2 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 250 mL 烧杯中, 加水溶解后移入 500 mL 容量瓶中, 用水稀释到刻度, 摇匀, 再移入 500 mL 塑料瓶中备用。此溶液 1 mL 含 1.00 mg 磷。

4.6.4 锰标准储备溶液, 1.00 mg/mL。

称取 0.791 3 g 二氧化锰(纯度不低于 99.99 %), 置于 250 mL 烧杯中, 盖上表皿, 加入 10 mL 盐酸(见 4.4)溶解完全, 冷却后补加 25 mL 盐酸(见 4.4)并移入 500 mL 容量瓶中, 用水稀释到刻度, 摇匀, 再移入 500 mL 塑料瓶中备用。此溶液 1 mL 含 1.00 mg 锰。

4.7 硅、锰、铝混合标准溶液, 100.0 μ g/mL。

分别移取硅、锰、铝标准储备溶液(见 4.6.1、4.6.2 和 4.6.4)各 10.0 mL 于 100 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度后摇匀。此溶液 1 mL 含硅、锰、铝各 100.00 μ g。

4.8 磷标准溶液, 100.00 μ g/mL。

移取磷标准储备溶液(见 4.6.3)10.0 mL 于 100 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度后摇匀。此溶液 1 mL 含 100.00 μ g 磷。

4.9 硅、锰、铝混合标准溶液, 250.00 μ g/mL。

分别移取硅、锰、铝标准储备溶液(见 4.6.1、4.6.2 和 4.6.4)各 25.0 mL 于 100 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度后摇匀。此溶液 1 mL 含硅、锰、铝各 250.00 μ g。

4.10 硅、锰、磷、铝混合标准溶液, 10.00 μ g/mL。

分别移取硅、锰、磷、铝标准储备溶液(见 4.6.1~4.6.4)各 1.0 mL 于 100 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度后摇匀。此溶液 1 mL 含硅、锰、磷、铝各 10.00 μ g。

4.11 氩气, 纯度不低于 99.99%。

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, 并且要求达到下列技术指标:

a) 本部分不指定特殊的分析谱线, 推荐使用的分析谱线列于附录 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 单标线容量瓶、分度吸量管、单标线移液管

分别符合 GB/T 12806、GB/T 12807 和 GB/T 12808 的规定。

5.3 铂坩埚

不小于 30 mL。

6 取样和制样

按照 GB/T 20567 的规定进行试样的采取和制备,试样应全部通过 0.125 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,精确至 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 酸溶解试料

将试料(见 7.2)置于 250 mL 锥形瓶中,以约 10 mL 水冲洗瓶壁并分散试料,加入 10 mL 硝酸(见 4.3)加热溶解,溶解过程中用水冲洗锥形瓶壁,并使溶液体积保持在 25 mL 左右,当液面冒大气泡后取下,稍冷。用少量水冲洗瓶壁后趁热用慢速定量滤纸过滤,残渣以约 20 mL 热水分为 3 次~5 次冲洗,滤液收集于 100 mL 容量瓶作为主液保存。

7.4.1.2 残渣熔融酸化

将残渣连同滤纸转移至铂坩埚(见 5.3)内,置于高温炉中灰化后,加入 0.5 g 碳酸钾-硼酸混合熔剂(见 4.2)混合均匀,在 950 °C ± 50 °C 下熔融 20 min,取出铂坩埚,冷却。在铂坩埚中加入 10 mL 盐酸(见 4.5),置于电热板上低温加热浸取至熔融物溶解完全,取下冷却,将浸取液与主液(见 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

称取 0.714 g 五氧化二钒(见 4.1)7 份,分别置于 250 mL 锥形瓶中,按 7.4.1.1 进行试料分解,按 7.4.1.2 进行残渣熔融酸化处理,溶液分别合并于 7 个 100 mL 容量瓶中,先不定容,作为基体溶液。

7.4.2.2 校准溶液的制备

于 7 个盛有基体溶液的容量瓶(见 7.4.2.1)中,分别按表 1 加入相应的硅、锰、磷、铝的标准溶液(见 4.7、4.8、4.9 和 4.10),制备 7 个校准曲线标准溶液。

表 1 推荐系列校准溶液

序号	硅、铝、锰					磷				
	标准溶液			校准溶液		标准溶液			校准溶液	
	对应 章条号	浓度 $\mu\text{g/mL}$	分取体积 mL	浓度 $\mu\text{g/mL}$	对应含量 %	对应 章条号	浓度 $\mu\text{g/mL}$	分取体积 mL	浓度 $\mu\text{g/mL}$	对应含量 %
1	4.10	10.0	0.00	0.00	0.000	4.10	10.0	0.00	0.00	0.000
2	4.10	10.0	5.00	0.50	0.010	4.10	10.0	5.00	0.50	0.010
3	4.7	100.0	2.50	2.50	0.050	4.10	10.0	10.00	1.00	0.020
4	4.7	100.0	5.00	5.00	0.100	4.8	100.0	2.00	2.00	0.040
5	4.7	100.0	10.0	10.00	0.200	4.8	100.0	3.00	3.00	0.060
6	4.9	250.0	10.0	25.00	0.500	4.8	100.0	4.00	4.00	0.080
7	4.9	250.0	20.0	50.00	1.00	4.8	100.0	5.00	5.00	0.100

7.4.3 仪器的准备和确认

首先按照仪器操作规程开启电感耦合等离子体原子发射光谱仪及其附属设备,点燃等离子体,进行测量前至少稳定运行 30 min。

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(参见表 B.1)、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 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,分别依次测量系列校准溶液中各元素在分析线处强度,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,待测元素校准溶液的浓度($\mu\text{g/mL}$ 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 5.1。

最初校准曲线建立以后,可以仅使用最高浓度点和最低浓度点两个校准溶液对校准曲线进行两点再校正程序,然后立即进行试样的测定分析。

7.4.5 试液的测定

在与 7.4.4 相同条件下,将空白试液(见 7.3)和待测试液(见 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比强度信号,然后通过所建立的校准曲线自动计算出元素在溶液中的含量结果。

8 分析结果的计算和表示

8.1 结果计算

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:

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

式中:

- w_M ——待测元素含量(质量分数), %;
- 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($\mu\text{g}/\text{mL}$);
- c_0 ——空白试液中待测元素浓度值,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);
- 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 将数值修约至小数点后三位。

9 精密度

本部分的精密度数据是在 2018 年由 6 个实验室,对 5 个水平的硅、锰、铝含量和 4 个水平的磷含量进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的硅、锰、磷、铝含量在 GB/T 6379.1 规定的重复性条件下独立测定 3 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、锰、磷、铝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 2。各实验室报出的原始数据参见附录 D。

表 2 精密度函数关系式

元素	质量分数/%	重复性限 r	再现性限 R
硅	0.010~1.00	$\lg r = 0.359\ 4 \lg w - 1.604\ 2$	$\lg R = 0.486\ 7 \lg w - 1.446\ 9$
锰	0.010~0.500	$r = 0.033\ 1 w + 0.001\ 1$	$\lg R = 0.830\ 9 \lg w - 1.183\ 1$
磷	0.010~0.100	$r = 0.008\ 0 w + 0.002\ 8$	$R = 0.079\ 1 w + 0.002\ 1$
铝	0.010~1.00	$r = 0.032\ 2 w + 0.001\ 3$	$\lg R = 0.315\ 3 \lg w - 1.693\ 9$

10 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 实验室名称和地址；
- b) 试验报告发布日期；
- c) 采用标准编号；
- d) 样品识别必要的详细说明；
- e) 分析结果；
- f) 结果的测定次数；
- g) 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操作。

附 录 A
(规范性附录)

电感耦合等离子体原子发射光谱仪性能试验

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 $5\,000 \times DL$,RSD 是唯一的需要评价的性能参数。

需要试验的元素列入表 A.1。

表 A.1 元素检测限

元 素	DL $\mu\text{g/mL}$
Si	≤ 0.05
Mn	≤ 0.05
P	≤ 0.05
Al	≤ 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 3 倍。

A.2.2 背景等效浓度(BEC):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,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

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

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($\mu\text{g}/\text{mL}$):

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

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):

$$BEC = MI_b \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

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

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)

电感耦合等离子体原子发射光谱仪工作参数

表 B.1、表 B.2 分别给出了推荐分析谱线以及全谱直读等离子体原子发射光谱仪的工作参数。

表 B.1 推荐分析谱线

元 素	波 长 nm
Si	198.899、212.412、251.612
Mn	257.610、293.930、293.306
P	178.284、185.942、213.618
Al	167.079、394.401、396.152

表 B.2 光谱仪工作参数

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	55	15	20	0.22

附 录 C
(规范性附录)
试验样分析值接受程序流程图

图 C.1 为试样分析结果接受程序流程图。

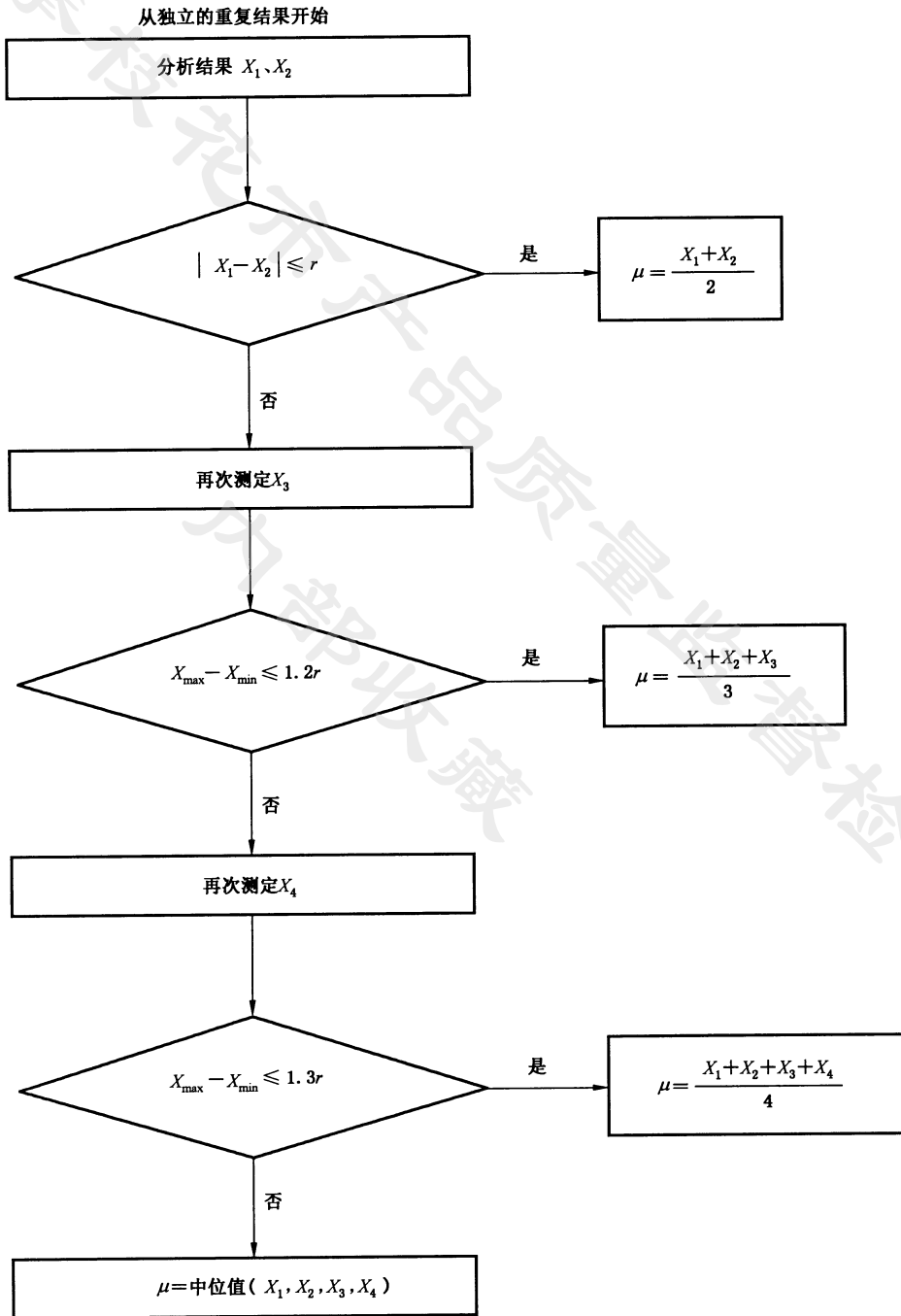


图 C.1 试验样分析值接受程序流程图

附 录 D
(资料性附录)
共同精密度试验原始数据

共同精密度试验原始数据见表 D.1~表 D.4。

表 D.1 硅含量的测定精密度试验原始数据

硅	实验室测试硅含量(质量分数)/%					
	1	2	3	4	5	6
水平 1	0.280 7	0.290 5	0.282 2	0.276 3	0.278 0	0.278 7
	0.295 4	0.288 0	0.261 8	0.282 7	0.288 0	0.268 0
	0.289 8	0.277 1	0.277 1	0.285 4	0.293 0	0.280 4
水平 2	0.068 3	0.069 4	0.068 8	0.068 8	0.068 5	0.066 7
	0.065 2	0.061 2	0.070 4	0.062 4	0.069 2	0.061 3
	0.069 9	0.067 8	0.063 2	0.067 2	0.068 9	0.068 9
水平 3	0.315 2	0.322 5	0.322 4	0.334 3	0.308 0	0.340 4
	0.310 7	0.330 1	0.330 0	0.329 4	0.318 0	0.321 6
	0.324 0	0.315 4	0.341 2	0.320 2	0.312 0	0.330 7
水平 4	0.480 4	0.496 3	0.475 5	0.488 3	0.468 0	0.486 2
	0.492 8	0.484 5	0.461 7	0.464 6	0.474 0	0.479 1
	0.477 1	0.480 5	0.485 6	0.471 6	0.477 0	0.482 3
水平 5	0.933 4	0.934 3	0.932 0	0.918 5	0.941 0	0.915 1
	0.926 1	0.915 0	0.908 0	0.925 2	0.935 0	0.921 1
	0.921 1	0.927 5	0.923 3	0.928 4	0.947 0	0.916 1

表 D.2 锰含量的测定精密度试验原始数据

锰	实验室测试锰含量(质量分数)/%					
	1	2	3	4	5	6
水平 1	0.338 8	0.341 4	0.346 3	0.351 6	0.326 0	0.336 3
	0.340 9	0.334 2	0.343 5	0.354 5	0.335 0	0.339 1
	0.338 3	0.332 5	0.356 4	0.352 8	0.331 0	0.352 2
水平 2	0.069 2	0.072 5	0.066 0	0.069 0	0.074 3	0.066 9
	0.069 6	0.072 3	0.066 1	0.067 1	0.074 9	0.068 8
	0.069 0	0.072 0	0.069 5	0.066 5	0.075 5	0.070 3
水平 3	0.025 5	0.026 0	0.024 8	0.025 2	0.024 1	0.024 4
	0.025 6	0.024 6	0.024 2	0.027 2	0.024 8	0.027 0
	0.025 9	0.025 3	0.025 0	0.026 6	0.025 3	0.025 2

表 D.2 (续)

锰	实验室测试锰含量(质量分数)/%					
	1	2	3	4	5	6
水平 4	0.183 1	0.186 1	0.162 4	0.179 0	0.168 0	0.177 6
	0.182 6	0.189 0	0.165 1	0.184 3	0.174 0	0.172 4
	0.182 8	0.182 5	0.164 4	0.177 4	0.178 0	0.174 4
水平 5	0.450 0	0.456 2	0.451 0	0.448 8	0.458 0	0.434 6
	0.451 2	0.456 8	0.433 4	0.449 2	0.454 0	0.452 2
	0.450 2	0.457 3	0.432 8	0.446 6	0.459 0	0.434 0

表 D.3 磷含量的测定精密度试验原始数据

磷	实验室测试磷含量(质量分数)/%					
	1	2	3	4	5	6
水平 1	0.017 0	0.017 7	0.016 9	0.015 5	0.016 8	0.015 7
	0.017 1	0.017 5	0.014 0	0.014 9	0.016 2	0.017 4
	0.017 1	0.018 1	0.017 9	0.015 8	0.017 1	0.018 4
水平 2	0.009 8	0.010 2	0.009 3	0.009 2	0.011 3	0.010 2
	0.009 7	0.009 3	0.009 0	0.011 0	0.010 8	0.010 8
	0.010 1	0.009 1	0.013 9	0.012 0	0.010 9	0.011 9
水平 3	0.053 7	0.054 7	0.052 5	0.057 3	0.052 1	0.053 4
	0.052 7	0.057 1	0.053 4	0.054 6	0.052 7	0.052 5
	0.052 6	0.055 5	0.051 1	0.057 8	0.052 9	0.055 1
水平 4	0.089 3	0.091 5	0.095 2	0.082 7	0.088 9	0.091 7
	0.089 2	0.092 1	0.089 7	0.083 3	0.089 3	0.093 2
	0.089 4	0.089 7	0.094 4	0.085 0	0.088 1	0.094 4

表 D.4 铝含量的测定精密度试验原始数据

铝	实验室测试铝含量(质量分数)/%					
	1	2	3	4	5	6
水平 1	0.087 0	0.086 4	0.085 6	0.086 4	0.091 9	0.085 5
	0.089 2	0.086 9	0.084 5	0.089 2	0.090 7	0.083 6
	0.087 0	0.086 2	0.086 5	0.083 5	0.091 2	0.084 5
水平 2	0.017 4	0.018 0	0.023 9	0.018 2	0.024 1	0.019 5
	0.017 8	0.018 0	0.024 0	0.020 1	0.023 4	0.018 4
	0.017 4	0.018 0	0.023 0	0.019 0	0.023 1	0.020 5

表 D.4 (续)

铝	实验室测试铝含量(质量分数)/%					
	1	2	3	4	5	6
水平 3	0.061 3	0.061 2	0.053 7	0.059 8	0.057 6	0.063 7
	0.059 6	0.061 7	0.055 2	0.060 4	0.057 8	0.064 2
	0.060 6	0.061 9	0.056 7	0.061 5	0.058 2	0.065 7
水平 4	0.250 7	0.240 4	0.224 6	0.243 4	0.236 0	0.236 4
	0.255 6	0.235 6	0.227 9	0.225 6	0.239 0	0.224 6
	0.249 4	0.251 0	0.235 4	0.248 0	0.248 0	0.228 9
水平 5	0.866 1	0.849 3	0.854 0	0.841 6	0.871 0	0.850 1
	0.860 4	0.855 6	0.866 5	0.849 2	0.868 0	0.844 0
	0.853 9	0.858 1	0.858 1	0.838 5	0.874 0	0.848 5