

国家市场监督管理总局

 国家标准化管理委员会

202X-XX-XX实施

202X-XX-XX发布

钨精矿化学分析方法 第2部分：锡量的测定

Chemical analysis methods for tungsten concentrates
Part 2:Determination of tin content

（预审稿）

中华人民共和国国家标准

ICS 77.120.99

CCS H 63

 **GB/T 6150.2－202X**

 代替GB/T 6150.2-2008

**发 布**

1. 前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是GB/T 6150《钨精矿化学分析方法》的第2部分。GB/T 6150已经发布了以下部分：

—第1部分：三氧化钨量的测定 钨酸铵灼烧重量法；

—第2部分：锡量的测定 碘酸钾滴定法和电感耦合等离子体发射光谱法；

—第3部分：磷量的测定 磷钼黄分光光度法；

—第4部分：硫量的测定 高频-红外吸收法；

—第5部分：钙量的测定 EDTA容量法和原子吸收光谱法；

—第6部分：湿存水量的测定 重量法；

—第7部分：钽铌量的测定 分光光度法和等离子体发射光谱法；

—第8部分：钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法；

—第9部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；

—第10部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；

—第11部分：锌量的测定 焰原子吸收光谱法；

—第12部分：二氧化硅量的测定 硅钼兰分光光度法和重量法；

—第13部分：砷量的测定 氢化物原子吸收光谱法；

—第14部分：锰量的测定 硫酸亚铁铵容量法和火焰原子吸收光谱法；

—第15部分：铋量的测定 火焰原子吸收光谱法；

—第16部分：铁量的测定 磺基水杨酸分光光度法；

—第17部分：锑量的测定 氢化物原子吸收光谱法。

本文件代替GB/T 6150.2-2008《钨精矿化学分析方法 锡量的测定 碘酸钾容量法和氢化物原子吸收光谱法》，与GB/T 6150.2-2008相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

a）修改了检测方法，检测方法由氢化物原子吸收光谱法修改为电感耦合等离子体发射光谱法（见第5章，第6章，2008版的第9章）；

b）修改了方法测定范围，方法1测定范围由0.20%～2.0%修改为1.00%～20.00%（见第1章）；方法2测定范围由0.005%～0.20%修改为0.01 %～2.00 %（见第1章，2008版的第9章）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)提出并归口。

本文件负责起草单位：赣州有色冶金研究所有限公司，国标（北京）检验认证有限公司，广东省科学院工业分析检测中心，湖南柿竹园有色金属有限责任公司，赣州华兴钨制品有限公司，赣州金源测试科技有限公司，洛阳栾川钼业集团有限公司。

本文件主要起草人：XXX、XXX。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——GB/T 6150.2-1985；

——GB/T 6150.2-2008。

引 言

钨精矿是一种重要的战略资源，以其作为重要工业原料生产的钨及钨合金，由于具有高熔点、高比重、高硬度的特点，广泛应用于机械加工、冶金、采矿、电子电讯、建筑工业、兵器工业、航空航天等领域。GB/T 6150旨在通过实验研究过建立一套完整、切实可行、且适应于钨精矿产品生产和贸易需求的化学成分分析的方法标准。限于文件篇幅、使用需求、适用范围以及各分析方法之间的技术独立性等方面原因，GB/T 6150拟由18个部分组成。

—第1部分 三氧化钨量的测定 钨酸铵灼烧重量法。

—第2部分：锡量的测定 碘酸钾容量法和电感耦合等离子体发射光谱法。

—第3部分：磷量的测定 磷钼黄分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法。

—第4部分：硫量的测定 高频-红外吸收法和燃烧-碘量法。

—第5部分：钙量的测定 EDTA容量法和火焰原子吸收光谱法。

—第6部分：湿存水量的测定 重量法。

—第7部分：钽铌量的测定 等离子体发射光谱法和分光光度法。

—第8部分：钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法。

—第9部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法。

—第10部分：铅量的测定 氢化物发生原子荧光光谱法和火焰原子吸收光谱法。

—第11部分：锌量的测定 火焰原子吸收光谱法。

—第12部分：二氧化硅量的测定 硅钼蓝分光光度法和重量法。

—第13部分：砷量的测定 氢化物原子荧光光谱法和DDTC-Ag分光光度法。

—第14部分：锰量的测定 硫酸亚铁铵容量法和火焰原子吸收光谱法。

—第15部分：铋量的测定 氢化物发生原子荧光光谱法和火焰原子吸收光谱法。

—第16部分：铁量的测定 磺基水杨酸分光光度法。

—第17部分：锑量的测定 氢化物原子荧光光谱法。

—第18部分：钡量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法。

钨精矿化学分析方法序列标准化文件主要依据钨精矿产品标准中技术指标而起草。自1985年以来，先后发布了2个版本的GB/T 6150。GB/T6150.2-2008发布实施已十余年，期间其适用的产品标准已于2015年进行了修订（YS/T 231-2015），各项技术指标有了新的变化，钨行业上下游客户对产品检测也有了新的要求，同时分析检测技术也有了发展和进步。鉴于此，确有必要对GB/T6150.2-2008进行修订以适应新的变化和要求，更加满足钨精矿市场和应用要求。

钨精矿化学分析方法

第2部分：锡量的测定

1　范围

本文件规定了钨精矿中锡量的测定方法。

本文件适用于钨精矿中锡量的测定，包含三个方法。方法1：碘酸钾滴定法，测定范围（质量分数）：1.00 %～20.00 %。方法2：载体分离-电感耦合等离子体原子发射光谱法，测定范围（质量分数）：0.010 %～2.00 %。方法3：直接测定-电感耦合等离子体原子发射光谱法，测定范围（质量分数）：0.10 %～2.00 %。测定范围重叠部分以方法2为仲裁方法。

2　规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

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 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

3　术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4　方法1：碘酸钾滴定法

4.1　原理

试料以锌粉**－**氢氧化钠烧结，盐酸浸取，用高锰酸钾将钨氧化成钨酸析出，过滤，使之与锡分离。用铁粉和铝片将锡还原为二价，以淀粉为指示剂，用碘酸钾标准滴定溶液滴定试液呈浅蓝色为终点。

4.2　试剂或材料

除另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合GB/T 6682规定的实验室二级水。

4.2.1　锌粉。

4.2.2　氢氧化钠。

4.2.3　氯化钠。

4.2.4　高锰酸钾。

4.2.5　还原铁粉。

4.2.6　铝片：*w*（Al）＞99.9 %。

4.2.7　盐酸（ρ=l.19 g/mL）。

4.2.8　盐酸（2+1）。

4.2.9　盐酸（3+7）。

4.2.10　饱和碳酸氢钠溶液。

4.2.11　动物胶溶液（10 g/L）:用时现配。

4.2.12　碘化钾-淀粉混合溶液：称取50 g碘化钾，置于500 mL烧杯中，加入250 mL溶解至清亮，称取5 g淀粉，置于500 mL烧杯中，加入200mL沸水，加热煮沸，保温2 min，冷却至室温。将上述两溶液移入500 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，储存于棕色瓶中。

4.2.13　锡标准贮存溶液：称取2.000 0 g光谱纯锡粒[*w*（Sn）＞99.95 %]，置于1 000 mL容量瓶中，加200 mL盐酸（4.2.7），于沸水浴上溶解完全，冷却，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg锡。

4.2.14　碘酸钾标准溶液。

4.2.14.1　配制：碘酸钾标准溶液Ⅰ：称取0.6 g碘酸钾、3.0 g碘化钾、0.2 g氢氧化钾，置于500 mL烧杯中，加人200 mL水，加热至完全溶解，用玻璃棉将溶液过滤于1 000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。碘酸钾标准溶液Ⅱ：称取0.12 g碘酸钾、0.6 g碘化钾、0.2 g氢氧化钾，置于500 mL烧杯中，加人200 mL水，加热至完全溶解，用玻璃棉将溶液过滤于1 000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

4.2.14.2　标定：将按（4.5.3）操作的空白坩埚置于200 mL烧杯中，加入45 mL盐酸（4.2.8），煮沸浸取后，滤入300 mL锥形瓶中，加入10.00 mL锡标准溶液（4.2.13)和20 mL盐酸（4.2.7)，以盐酸（4.2.9)稀释至100 mL，以下按分析步骤（4.5.4.3)进行操作。

 同时做空白试验，其消耗的碘酸钾标准溶液体积应小于0.10 mL。

按式(1)计算碘酸钾标准溶液的浓度*c*（mol/L）：

$c=\frac{ρ\_{0}×V\_{1}}{(V\_{2}-V\_{0})×59.355}$………………… (1)

式中：

*ρ0*——锡标准溶液质量浓度，单位为毫克每毫升(mg/mL);

*V0*——空白消耗碘酸钾标准溶液的体积，单位为毫升(mL) ;

*V1*——移取锡标准溶液溶液的体积，单位为毫升(mL);

*V2*——消耗碘酸钾标准溶液的体积，单位为毫升(mL) ;

*59.355*——锡（1/2Sn）的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol) 。

平行标定三份，其极差值不大于1×1 0-7 mol/mL时，取其平均值，否则重新标定。

4.3　仪器设备

 分析天平：感量0.000 1 g。

4.4　样品

4.4.1　样品粒度小于0. 074 mm。

4.4.2　样品预先在105 ℃～110 ℃烘2 h，置于干燥器中冷却至室温。

4.5　试验步骤

4.5.1　试料

称取0.20 g样品，精确至0.000 1 g 。

4.5.2　平行试验

独立地进行两次测定，取其平均值。

4.5.3　空白试验

随同试料（4.5.1）进行空白试验。

4.5.4　测定

4.5.4.1 将试料(4.5.1)置于预先垫有1.5 g锌粉(4.2.1)的8 mL或10 mL瓷坩埚中，用圆头小玻璃棒搅匀，以小毛刷轻轻刷下粘于玻璃棒上的试料，加入2 g氢氧化钠(4.2.2)，用2 g氯化钠(4.2.3)覆盖，将坩埚置于500 ℃高温炉中，待炉温升至600 ℃时，断电，稍冷，取出坩埚，冷却。

4.5.4.2 将坩埚置于200 mL烧杯中，加人45 mL盐酸(4.2.8)，加热使烧结块溶解完全，吹洗表面皿，趁热加入约0.3 g高锰酸钾(4.2.4)，不断搅拌坩埚及溶液，并置于热水浴上保温约5 min，使钨酸全部转化为黄色。加入5 mL动物胶溶液(4.2.11)，保温5 min，于冷水中冷却至室温，用盐酸(4.2.9)洗净坩埚，以中速滤纸过滤于300 mL锥形瓶中，用盐酸(4.2.9)洗净烧杯，并洗沉淀5次～6次(控制试液体积约80 mL)，加入20 mL盐酸(4.2.7)。

4.5.4.3　于试液(4.5.4.2)中加入1 g还原铁粉(4.2.5)，盖上盖氏漏斗，加入饱和碳酸氢钠溶液，于低温电炉上加热，并不断摇动，待铁粉溶解完全，冷却至室温，取下盖氏漏斗，加入2 g铝片(4.2.6)，待剧烈反应后，煮沸至冒大气泡为止。取下，于盖氏漏斗中补加饱和碳酸氢钠溶液，并将锥形瓶放人流水中冷至室温。

4.5.4.4 取下盖氏漏斗，立即于试液（4.5.4.3）中加入5 mL碘化钾—淀粉混合液(4.2.12)，迅速用碘酸钾标准溶液(4.2.14)滴定至浅蓝色即为终点。

表1 碘酸钾标准溶液

|  |  |
| --- | --- |
| 含量（质量分数）范围/% | 碘酸钾标准溶液/mol/L |
| 1. 00～5.00 | 碘酸钾标准溶液Ⅱ |
| ＞5.00～20.00 | 碘酸钾标准溶液Ⅰ |

4.6　试验数据处理

按式（2）计算锡的质量分数w（Sn），数值以%表示：

$ω\left(Sn\right)=\frac{c×\left(V\_{1}-V\_{0}\right)×59.355}{m×10^{3}}×100\%$………………………………………（2）

式中：

*c*——碘酸钾标准溶液浓度，单位为摩尔每升(mol /L);

*V0*——空白消耗碘酸钾标准溶液的体积，单位为毫升(mL) ;

*V1*——试料消耗碘酸钾标准溶液的体积，单位为毫升(mL) ;

*m*——试料的质量，单位为克 (g) ;

*59.355*——锡（1/2Sn）的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol) 。

计算结果保留两位有效数字，按GB/T 8170的规定修约。

4.7　精密度

4.7.1　精密度原始数据及统计分析

 精密度数据是在2020年由7家试验室对锡量的7个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的锡含量在重复性条件下独立测定11次。测量的原始数据见附录A。共同试验数据按GB/T 6379.2进行统计分析。

4.7.2　重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过重复性限（r），超过重复性限（r）的情况不超过5%，重复性限（r）按表2数据采用线性内插法或外延法求得。

表2重复性限

 单位：%

|  |  |
| --- | --- |
| 锡量的质量分数 | 重复性限（r） |
| 0.83 | 0.03 |
| 1.56 | 0.07 |
| 1.89 | 0.07 |
| 4.40 | 0.14 |
| 9.96 | 0.16 |
| 19.38 | 0.24 |

4.7.3　再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限（R），超过再现性限（R）的情况不超过5%，再现性限（R）按表3数据采用线性内插法或外延法求得。

表3再现性限

 单位：%

|  |  |
| --- | --- |
| 锡量的质量分数 | 再现性限（R） |
| 0.83 | 0.05 |
| 1.56 | 0.08 |
| 1.89 | 0.09 |
| 4.40 | 0.20 |
| 9.96 | 0.23 |
| 19.38 | 0.25 |

5　方法2：载体分离-电感耦合等离子体原子发射光谱法

5.1　原理

试料经锌粉-氢氧化钠烧结，盐酸浸取，钨氧化成钨酸析出，过滤分离钨，以氢氧化钇为载体，用氨水使锡沉淀，与钨、铜和锑等元素分离，用盐酸溶解沉淀，在稀酸介质中，以氩等离子体光源激发，进行光谱测定。测定范围：0.010 %~2.00 %。

5.2　试剂或材料

除另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合GB/T 6682规定的实验室二级水。

5.2.1　锌粉。

5.2.2　氢氧化钠。

5.2.3　氯化钠。

5.2.4　高锰酸钾。

5.2.5　氨水。

5.2.6　盐酸（ρ l.19 g/mL）。

5.2.7　盐酸（2+1）。

5.2.8　氨水洗液（2+98）。

5.2.9　氯化钇溶液（25 g/L）：称取2.500 0 g氧化钇置于100 mL烧杯中，加入10 mL盐酸（5.2.6），低温加热至溶解完全，取下冷却，溶液移入100 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

5.2.10　锡标准贮存溶液：移取10.00 mL锡标准溶液（有证标准物质，1 mg/mL）于100 mL容量瓶中，加入15 mL盐酸（5.2.6），以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含锡 100 μg。

5.2.11　锡标准溶液：移取10.00 mL锡标准贮存溶液（5.2.10）于100 mL容量瓶中，加入15 mL盐酸（5.2.6），以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含锡 10 μg。

5.3　仪器设备

5.3.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪，分辨率<0.006 nm(200 nm处)。

5.3.2 光源：氩等离子体光源。

5.4　样品

5.4.1　试样粒度小于0.074 mm。

5.4.2　试样预先在105 ℃〜110 ℃烘2 h,置于干燥器中冷却至室温。

5.5　分析步骤

5.5.1　试料

按表4称取样品（5.4），精确至0.000 1 g。

表4 样品称取量

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 含量（质量分数）范围/% | 试料/g | 分取体积/mL |
| 0.010～0.40 | 0.50 | 50 |
| ＞0.40～2.00 | 0.50 | 10 |

5.5.2　平行试验
 独立地进行两次测定，取其平均值。

5.5.3　空白试验

随同试料（5.5.1）进行空白试验。

5.5.4　分析试液的制备

5.5.4.1 称取试料（5.5.1）于预先垫有2 g锌粉（5.2.1）的10 mL瓷坩埚中，用圆头玻璃棒搅匀，以小毛刷轻轻刷下粘于玻璃棒上的试料，加入2 g氢氧化钠（5.2.2），覆盖2 g氯化钠（5.2.3），将坩埚置于500 ℃高温炉中，待炉温升至600 ℃时，断电，稍冷，取出坩埚，冷却。

5.5.4.2 将坩埚置于200 mL烧杯中，加入45 mL盐酸（5.2.7），加热使烧结块溶解完全，吹洗表面皿，趁热加入0.3 g高锰酸钾（5.2.4），不断搅拌坩埚及溶液，并置于热水浴上保温5 min，使钨酸全部转化为黄色，冷却后，将试液连同沉淀一起移入100 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，干滤。

5.5.4.3 按表3分取试液（5.5.4.2）至250 mL烧杯中，加入2 mL氯化钇溶液（5.2.9），滴加氨水（5.2.5）至沉淀不再析出，过量20 mL。加热至略沸，取下，用定量中速滤纸过滤，用热的氨水洗液（5.2.8）洗涤烧杯2次，沉淀3次，再用水各洗涤1次，滤干。

5.5.4.4 将沉淀和滤纸放至原烧杯中，加入15 mL盐酸（5.2.6），捣碎滤纸，加入20 mL水，加热至滤纸呈纸浆状，取下，冷却至室温，移入100 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，干滤。待测。

5.5.5　系列标准配制

分别移取0 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL锡标准溶液（5.2.11），5.00 mL、10.00 mL锡标准贮存溶液（5.2.10）于6个100 mL的容量瓶中，各加入15 mL盐酸（5.2.6），以水稀释至刻度，混匀。

5.5.6　测定

将系列标准溶液（5.5.5）、空白试液（5.5.3）与分析试液（5.5.4）按仪器最佳条件于分析线283.999 nm或189.930 nm处依次进行测定。

5.6　试验数据处理

按式（3）计算锡的质量分数 *w*（Sn），数值以%表示，

…………………………………（3）

式中：

*ρ1* ——试样溶液中锡的质量浓度，单位为微克每毫升 (μg/mL)；

*ρ0* ——空白溶液中锡的质量浓度，单位为微克每毫升 (μg/mL)；

*V0* ——-试液总体积，单位为毫升（mL）；

*V1*——-分取试液的体积，单位为毫升（mL）；

*V2*——-第二次定容体积，单位为毫升（mL）；

*m0* ——试样量，单位为克（g）。

计算结果保留两位有效数字，按GB/T 8170的规定修约。

5.7　精密度

5.7.1　精密度原始数据及统计分析

精密度数据是在2020年由7家试验室对稀土总量的7个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的锡含量在重复性条件下独立测定11次。测量的原始数据见附录B。共同试验数据按GB/T 6379.2进行统计分析。

5.7.2　重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过重复性限（r），超过重复性限（r）的情况不超过5%，重复性限（r）按表5数据采用线性内插法或外延法求得。

表5重复性限

 单位：%

|  |  |
| --- | --- |
| 锡量的质量分数 | 重复性限（r） |
| 0.013 | 0.002 |
| 0.024 | 0.004 |
| 0.099 | 0.007 |
| 0.48 | 0.02 |
| 0.81 | 0.03 |
| 1.52 | 0.05 |
| 1.83 | 0.05 |

5.7.3　再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限（R），超过再现性限（R）的情况不超过5%，再现性限（R）按表6数据采用线性内插法或外延法求得。

表6再现性限

 单位：%

|  |  |
| --- | --- |
| 锡量的质量分数 | 再现性限（R） |
| 0.013 | 0.003 |
| 0.024 | 0.006 |
| 0.099 | 0.008 |
| 0.48 | 0.02 |
| 0.81 | 0.05 |
| 1.52 | 0.09 |
| 1.83 | 0.12 |

6　方法3：直接测定-电感耦合等离子体原子发射光谱法

6.1　原理

试料经锌粉-氢氧化钠烧结，盐酸浸取，钨氧化成钨酸析出，过滤分离钨，以氢氧化钇为载体，用氨水使锡沉淀，与钨、铜和锑等元素分离，用盐酸溶解沉淀，在稀酸介质中，以氩等离子体光源激发，进行光谱测定。测定范围：0.10 %~2.00 %。

6.2　试剂或材料

除另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和实验室二级水。

6.2.1　锌粉。

6.2.2　氢氧化钠。

6.2.3　氯化钠。

6.2.4　高锰酸钾。

6.2.5　盐酸（ρ l.19 g/mL）。

6.2.6　盐酸（2+1）。

6.2.7　锡标准贮存溶液：移取10.00 mL锡标准溶液（有证标准物质，1 mg/mL）于100 mL容量瓶中，加入15 mL盐酸（6.2.5），以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含锡100 μg。

6.2.8　锡标准溶液：移取10.00 mL锡标准贮存溶液（6.2.7）于100 mL容量瓶中，加入15 mL盐酸（6.2.5），以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含锡10 μg。

6.3　仪器设备

6.3.1　电感耦合等离子体原子发射光谱仪，分辨率<0.006 nm(200 nm处)。

6.3.2　光源：氩等离子体光源。

6.4　样品

6.4.1　试样粒度小于0.074 mm。

6.4.2　试样预先在105 ℃〜110 ℃烘2 h,置于干燥器中冷却至室温。

6.5　分析步骤

6.5.1　试料

称取样品（6.4）0.50 g，精确至0.000 1 g。

6.5.2　平行试验
 独立地进行两次测定，取其平均值。

6.5.3　空白试验

随同试料（6.5.1）进行空白试验。

6.5.4　分析试液的制备

6.5.4.1 称取试料（6.5.1）于预先垫有2 g锌粉（6.2.1）的10 mL瓷坩埚中，用圆头玻璃棒搅匀，以小毛刷轻轻刷下粘于玻璃棒上的试料，加入2 g氢氧化钠（6.2.2），覆盖2 g氯化钠（6.2.3），将坩埚置于500 ℃高温炉中，待炉温升至600 ℃时，断电，稍冷，取出坩埚，冷却。

6.5.4.2 将坩埚置于200 mL烧杯中，加入45 mL盐酸（6.2.6），加热使烧结块溶解完全，吹洗表面皿，趁热加入0.3 g高锰酸钾（6.2.4），不断搅拌坩埚及溶液，并置于热水浴上保温5 min，使钨酸全部转化为黄色，冷却后，将试液连同沉淀一起移入100 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，干滤。

6.5.4.3 分取试液（6.5.4.2）5 mL至100 mL容量瓶中，加入10 mL盐酸（6.2.5），以水稀释至刻度，混匀，待测。

6.5.5　系列标准配制

分别移取0 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL锡标准溶液（6.2.8），2.00 mL、5.00 mL锡标准贮存溶液（6.2.7）于6个100 mL的容量瓶中，各加入5 mL空白溶液（6.5.3）和10 mL盐酸（6.2.5），以水稀释至刻度，混匀。

6.5.6　测定

将系列标准溶液（6.5.5）、空白试液（6.5.3）与分析试液（6.5.4）按仪器最佳条件于分析线283.999 nm或189.930 nm处依次进行测定。

6.6　试验数据处理

按式（3）计算锡的质量分数 *w*（Sn），数值以%表示，

…………………………………（3）

式中：

*ρ1* ——试样溶液中锡的质量浓度，单位为微克每毫升 (μg/mL)；

*ρ0* ——空白溶液中锡的质量浓度，单位为微克每毫升 (μg/mL)；

*V0* ——-试液总体积，单位为毫升（mL）；

*V1*——-分取试液的体积，单位为毫升（mL）；

*V2*——-第二次定容体积，单位为毫升（mL）；

*m0* ——试样量，单位为克（g）。

计算结果保留两位有效数字，按GB/T 8170的规定修约。

6.7　精密度

6.7.1　精密度原始数据及统计分析

精密度数据是在2020年由7家试验室对稀土总量的5个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的锡含量在重复性条件下独立测定11次。测量的原始数据见附录C。共同试验数据按GB/T 6379.2进行统计分析。

6.7.2　重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过重复性限（r），超过重复性限（r）的情况不超过5%，重复性限（r）按表7数据采用线性内插法或外延法求得。

表7重复性限

 单位：%

|  |  |
| --- | --- |
| 锡量的质量分数 | 重复性限（r） |
| 0.10 | 0.01 |
| 0.48 | 0.03 |
| 0.80 | 0.03 |
| 1.49 | 0.05 |
| 1.83 | 0.06 |

6.7.3　再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限（R），超过再现性限（R）的情况不超过5%，再现性限（R）按表8数据采用线性内插法或外延法求得。

表8再现性限

 单位：%

|  |  |
| --- | --- |
| 锡量的质量分数 | 再现性限（R） |
| 0.10 | 0.01 |
| 0.48 | 0.03 |
| 0.80 | 0.07 |
| 1.49 | 0.11 |
| 1.83 | 0.11 |

7　试验报告

试验报告应给出以下几个方面的内容：

——试验对象；

——使用的标准（包括发布和出版年号）；

——使用的方法（如果标准中包括几个方法）；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——观察到的异常现象；

——试验日期。

附 录 A

（资料性）

碘酸钾滴定法精密度试验原始数据

方法1的精密度数据是在2020年由7家试验室对锡量的7个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的锡量在重复性条件下独立测定11次。测量原始数据见表A。

表A 碘酸钾滴定法精密度试验原始数据

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 实验室 | 水平数 | 锡量的质量分数*w*/%，（n=11） |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
| 1 | 1 | 0.815 | 0.842 | 0.839 | 0.845 | 0.851 | 0.823 | 0.827 | 0.837 | 0.836 | 0.828 | 0.825 |
| 2 | 1.545 | 1.581 | 1.576 | 1.521 | 1.539 | 1.551 | 1.589 | 1.593 | 1.587 | 1.573 | 1.568 |
| 3 | 1.926 | 1.878 | 1.872 | 1.875 | 1.880 | 1.916 | 1.906 | 1.895 | 1.911 | 1.905 | 1.897 |
| 4 | 4.321 | 4.432 | 4.288 | 4.345 | 4.338 | 4.318 | 4.352 | 4.318 | 4.298 | 4.387 | 4.325 |
| 5 | 10.031 | 9.930 | 9.972 | 9.989 | 10.044 | 9.945 | 9.998 | 10.018 | 9.987 | 9.981 | 9.872 |
| 6 | 14.634 | 14.709 | 14.564 | 14.575 | 14.593 | 14.615 | 14.725 | 14.765 | 14.693 | 14.776 | 14.785 |
| 7 | 19.363 | 19.415 | 19.423 | 19.358 | 19.378 | 19.245 | 19.397 | 19.421 | 19.382 | 19.421 | 19.391 |
| 2 | 1 | 0.844 | 0.871 | 0.835 | 0.847 | 0.851 | 0.833 | 0.847 | 0.855 | 0.836 | 0.849 | 0.821 |
| 2 | 1.591 | 1.581 | 1.576 | 1.555 | 1.579 | 1.594 | 1.571 | 1.611 | 1.587 | 1.561 | 1.541 |
| 3 | 1.919 | 1.884 | 1.921 | 1.874 | 1.877 | 1.892 | 1.905 | 1.922 | 1.911 | 1.905 | 1.909 |
| 4 | 4.491 | 4.501 | 4.399 | 4.403 | 4.502 | 4.318 | 4.429 | 4.459 | 4.492 | 4.422 | 4.398 |
| 5 | 9.922 | 9.938 | 9.942 | 9.879 | 10.044 | 9.941 | 9.992 | 9.979 | 9.988 | 9.992 | 10.089 |
| 6 | 14.811 | 14.854 | 14.774 | 14.598 | 14.698 | 14.782 | 14.841 | 14.884 | 14.658 | 14.597 | 14.785 |
| 7 | 19.298 | 19.385 | 19.481 | 19.368 | 19.428 | 19.465 | 19.448 | 19.295 | 19.354 | 19.421 | 19.391 |
| 3 | 1 | 0.838 | 0.831 | 0.842 | 0.844 | 0.859 | 0.857 | 0.836 | 0.853 | 0.844 | 0.841 | 0.829 |
| 2 | 1.530 | 1.564 | 1.545 | 1.557 | 1.579 | 1.588 | 1.570 | 1.582 | 1.543 | 1.568 | 1.570 |
| 3 | 1.901 | 1.900 | 1.913 | 1.899 | 1.870 | 1.923 | 1.931 | 1.903 | 1.915 | 1.926 | 1.888 |
| 4 | 4.436 | 4.357 | 4.435 | 4.490 | 4.457 | 4.539 | 4.503 | 4.430 | 4.441 | 4.396 | 4.421 |
| 5 | 9.920 | 9.960 | 9.957 | 9.983 | 9.972 | 9.958 | 9.969 | 9.929 | 9.958 | 9.982 | 9.964 |
| 6 | 14.618 | 14.705 | 14.886 | 14.670 | 14.834 | 14.628 | 14.832 | 14.772 | 14.653 | 14.632 | 14.709 |
| 7 | 19.460 | 19.341 | 19.422 | 19.469 | 19.474 | 19.433 | 19.352 | 19.412 | 19.369 | 19.382 | 19.439 |
| 4 | 1 | 0.823 | 0.826 | 0.842 | 0.836 | 0.845 | 0.844 | 0.826 | 0.838 | 0.840 | 0.836 | 0.829 |
| 2 | 1.542 | 1.578 | 1.568 | 1.536 | 1.576 | 1.559 | 1.586 | 1.570 | 1.582 | 1.560 | 1.572 |
| 3 | 1.920 | 1.892 | 1.876 | 1.862 | 1.928 | 1.889 | 1.916 | 1.896 | 1.906 | 1.902 | 1.878 |
| 4 | 4.324 | 4.352 | 4.312 | 4.289 | 4.318 | 4.336 | 4.342 | 4.347 | 4.298 | 4.306 | 4.328 |
| 5 | 10.022 | 9.980 | 9.998 | 9.986 | 9.976 | 9.991 | 9.992 | 10.016 | 9.988 | 10.012 | 9.994 |
| 6 | 14.712 | 14.804 | 14.745 | 14.658 | 14.568 | 14.568 | 14.782 | 14.684 | 14.586 | 14.680 | 14.778 |
| 7 | 19.376 | 19.336 | 19.282 | 19.426 | 19.348 | 19.420 | 19.417 | 19.369 | 19.400 | 19.356 | 19.358 |
| 5 | 1 | 0.79 | 0.79 | 0.80 | 0.81 | 0.79 | 0.81 | 0.81 | 0.77 | 0.83 | 0.82 | 0.81 |
| 2 | 1.50 | 1.55 | 1.56 | 1.48 | 1.57 | 1.59 | 1.54 | 1.47 | 1.54 | 1.51 | 1.55 |
| 3 | 1.86 | 1.85 | 1.87 | 1.79 | 1.89 | 1.84 | 1.80 | 1.89 | 1.88 | 1.80 | 1.85 |
| 4 | 4.36 | 4.40 | 4.49 | 4.38 | 4.44 | 4.45 | 4.38 | 4.44 | 4.47 | 4.38 | 4.41 |

续表

表A 碘酸钾滴定法精密度试验原始数据

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 实验室 | 水平数 | 锡量的质量分数*w*/%，（n=11） |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
| 5 | 5 | 10.04 | 10.10 | 9.99 | 9.85 | 10.10 | 9.96 | 9.90 | 9.98 | 10.10 | 10.05 | 10.07 |
| 6 | 14.76 | 14.60 | 14.56 | 14.77 | 14.59 | 14.60 | 14.69 | 14.76 | 14.69 | 14.59 | 14.80 |
| 7 | 19.52 | 19.26 | 19.55 | 19.48 | 19.40 | 19.36 | 19.50 | 19.25 | 19.30 | 19.56 | 19.55 |
| 6 | 1 | 0.830 | 0.835 | 0.865 | 0.845 | 0.840 | 0.835 | 0.825 | 0.845 | 0.850 | 0.820 | 0.814 |
| 2 | 1.492 | 1.561 | 1.586 | 1.507 | 1.561 | 1.601 | 1.571 | 1.537 | 1.517 | 1.552 | 1.577 |
| 3 | 1.927 | 1.912 | 1.897 | 1.888 | 1.902 | 1.893 | 1.912 | 1.907 | 1.917 | 1.902 | 1.909 |
| 4 | 4.432 | 4.502 | 4.422 | 4.403 | 4.388 | 4.600 | 4.408 | 4.378 | 4.343 | 4.531 | 4.424 |
| 5 | 9.984 | 10.060 | 9.933 | 9.857 | 9.908 | 10.035 | 10.111 | 9.908 | 10.009 | 9. 921 | 10.021 |
| 6 | 14.658 | 14.506 | 14.429 | 14.506 | 14.683 | 14.582 | 14.226 | 14.455 | 14.328 | 14.556 | 14.452 |
| 7 | 19.409 | 19.485 | 19.459 | 19.332 | 19.510 | 19.358 | 19.434 | 19.536 | 19.282 | 19.231 | 19.329 |
| 7 | 1 | 0.834 | 0.821 | 0.829 | 0.826 | 0.835 | 0.827 | 0.829 | 0.840 | 0.839 | 0.851 | 0.821 |
| 2 | 1.585 | 1.559 | 1.555 | 1.564 | 1.573 | 1.581 | 1.562 | 1.558 | 1.576 | 1.554 | 1.563 |
| 3 | 1.906 | 1.872 | 1.839 | 1.800 | 1.862 | 1.865 | 1.912 | 1.811 | 1.853 | 1.873 | 1.881 |
| 4 | 4.481 | 4.488 | 4.472 | 4.367 | 4.372 | 4.380 | 4.368 | 4.398 | 4.457 | 4.369 | 4.420 |
| 5 | 9.888 | 9.753 | 9.883 | 9.788 | 9.884 | 9.810 | 9.781 | 9.913 | 9.814 | 9.839 | 9.755 |
| 6 | 14.412 | 14.484 | 14.415 | 14.502 | 14.780 | 14.601 | 14.630 | 14.531 | 14.620 | 14.527 | 14.677 |
| 7 | 19.239 | 19.435 | 19.623 | 19.616 | 19.315 | 19.523 | 19.325 | 19.415 | 19.502 | 19.318 | 19.327 |

附 录 B

（资料性）

载体分离-电感耦合等离子体发射光谱法精密度试验原始数据

方法2的精密度数据是在2020年由7家试验室对锡量的7个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的锡量在重复性条件下独立测定11次。测量原始数据见表B。

表B 载体分离-电感耦合等离子体发射光谱法精密度试验原始数据

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 实验室 | 水平数 | 锡量的质量分数*w*/%，（n=11） |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
| 1 | 1 | 0.0124 | 0.0133 | 0.0135 | 0.0119 | 0.0144 | 0.0122 | 0.0111 | 0.0126 | 0.0131 | 0.0125 | 0.0127 |
| 2 | 0.0266 | 0.0241 | 0.0246 | 0.0223 | 0.0229 | 0.0214 | 0.0255 | 0.0225 | 0.0235 | 0.0234 | 0.0241 |
| 3 | 0.102 | 0.103 | 0.0960 | 0.102 | 0.0970 | 0.101 | 0.0981 | 0.0990 | 0.0992 | 0.0987 | 0.101 |
| 4 | 0.485 | 0.495 | 0.467 | 0.479 | 0.475 | 0.468 | 0.471 | 0.473 | 0.481 | 0.475 | 0.470 |
| 5 | 0.824 | 0.795 | 0.787 | 0.801 | 0.792 | 0.808 | 0.811 | 0.802 | 0.796 | 0.789 | 0.804 |
| 6 | 1.508 | 1.536 | 1.488 | 1.549 | 1.507 | 1.515 | 1.471 | 1.527 | 1.532 | 1.548 | 1.516 |
| 7 | 1.817 | 1.820 | 1.817 | 1.865 | 1.835 | 1.807 | 1.856 | 1.804 | 1.812 | 1.834 | 1.855 |
| 2 | 1 | 0.0133 | 0.0131 | 0.0129 | 0.0141 | 0.0151 | 0.0127 | 0.0112 | 0.0135 | 0.0141 | 0.0135 | 0.0147 |
| 2 | 0.0255 | 0.0244 | 0.0258 | 0.0267 | 0.0233 | 0.0235 | 0.0241 | 0.0258 | 0.0271 | 0.0261 | 0.0257 |
| 3 | 0.106 | 0.101 | 0.0990 | 0.0980 | 0.0970 | 0.101 | 0.0991 | 0.102 | 0.0982 | 0.104 | 0.105 |
| 4 | 0.488 | 0.492 | 0.471 | 0.499 | 0.485 | 0.465 | 0.473 | 0.477 | 0.485 | 0.491 | 0.481 |
| 5 | 0.798 | 0.802 | 0.785 | 0.801 | 0.811 | 0.806 | 0.804 | 0.807 | 0.785 | 0.781 | 0.791 |
| 6 | 1.512 | 1.532 | 1.498 | 1.486 | 1.533 | 1.521 | 1.516 | 1.527 | 1.512 | 1.502 | 1.509 |
| 7 | 1.792 | 1.805 | 1.824 | 1.791 | 1.782 | 1.775 | 1.795 | 1.812 | 1.816 | 1.782 | 1.803 |
| 3 | 1 | 0.0130 | 0.0113 | 0.0118 | 0.0143 | 0.0126 | 0.0110 | 0.0107 | 0.0134 | 0.0141 | 0.0122 | 0.0130 |
| 2 | 0.0243 | 0.0208 | 0.0224 | 0.0219 | 0.0229 | 0.0241 | 0.0233 | 0.0227 | 0.0248 | 0.0224 | 0.0239 |
| 3 | 0.0958 | 0.0970 | 0.0997 | 0.0927 | 0.103 | 0.0997 | 0.0984 | 0.0956 | 0.106 | 0.0998 | 0.0992 |
| 4 | 0.479 | 0.475 | 0.481 | 0.466 | 0.476 | 0.483 | 0.484 | 0.471 | 0.472 | 0.499 | 0.464 |
| 5 | 0.801 | 0.803 | 0.811 | 0.802 | 0.804 | 0.816 | 0.802 | 0.807 | 0.800 | 0.804 | 0.801 |
| 6 | 1.514 | 1.520 | 1.509 | 1.501 | 1.520 | 1.518 | 1.507 | 1.513 | 1.522 | 1.525 | 1.514 |
| 7 | 1.849 | 1.858 | 1.832 | 1.847 | 1.851 | 1.843 | 1.833 | 1.835 | 1.820 | 1.822 | 1.831 |
| 4 | 1 | 0.0125 | 0.0135 | 0.0120 | 0.0128 | 0.0126 | 0.0132 | 0.0118 | 0.0124 | 0.0133 | 0.0138 | 0.0130 |
| 2 | 0.0268 | 0.0242 | 0.0248 | 0.0236 | 0.0218 | 0.0256 | 0.0238 | 0.0262 | 0.0246 | 0.0237 | 0.0238 |
| 3 | 0.1024 | 0.1032 | 0.1022 | 0.1018 | 0.0998 | 0.0988 | 0.1006 | 0.1016 | 0.1038 | 0.1004 | 0.1028 |
| 4 | 0.476 | 0.467 | 0.469 | 0.456 | 0.478 | 0.486 | 0.472 | 0.468 | 0.480 | 0.471 | 0.476 |
| 5 | 0.835 | 0.850 | 0.847 | 0.843 | 0.822 | 0.830 | 0.834 | 0.840 | 0.828 | 0.833 | 0.838 |
| 6 | 1.550 | 1.542 | 1.546 | 1.620 | 1.578 | 1.568 | 1.552 | 1.566 | 1.574 | 1.602 | 1.566 |
| 7 | 1.920 | 1.936 | 1.912 | 1.932 | 1.892 | 1.877 | 1.901 | 1.926 | 1.876 | 1.886 | 1.906 |
| 5 | 1 | 0.011 | 0.012 | 0.012 | 0.012 | 0.011 | 0.012 | 0.012 | 0.013 | 0.011 | 0.013 | 0.011 |
| 2 | 0.022 | 0.023 | 0.021 | 0.022 | 0.022 | 0.023 | 0.021 | 0.022 | 0.022 | 0.023 | 0.021 |
| 3 | 0.096 | 0.097 | 0.098 | 0.096 | 0.096 | 0.098 | 0.096 | 0.099 | 0.096 | 0.099 | 0.099 |
| 4 | 0.46 | 0.47 | 0.48 | 0.46 | 0.46 | 0.48 | 0.47 | 0.47 | 0.46 | 0.47 | 0.48 |

续表

表B 载体分离-电感耦合等离子体发射光谱法精密度试验原始数据

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 实验室 | 水平数 | 锡量的质量分数*w*/%，（n=11） |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
| 5 | 5 | 0.79 | 0.78 | 0.80 | 0.80 | 0.78 | 0.79 | 0.79 | 0.80 | 0.78 | 0.79 | 0.79 |
| 6 | 1.52 | 1.50 | 1.51 | 1.48 | 1.53 | 1.51 | 1.52 | 1.49 | 1.50 | 1.52 | 1.51 |
| 7 | 1.80 | 1.81 | 1.79 | 1.82 | 1.78 | 1.80 | 1.77 | 1.80 | 1.79 | 1.80 | 1.79 |
| 6 | 1 | 0.01096 | 0.0108 | 0.01302 | 0.01146 | 0.01115 | 0.01175 | 0.01103 | 0.01157 | 0.01207 | 0.01224 | 0.01208 |
| 2 | 0.02104 | 0.02057 | 0.02018 | 0.01944 | 0.01982 | 0.02273 | 0.01967 | 0.02145 | 0.02212 | 0.02189 | 0.02142 |
| 3 | 0.09752 | 0.09547 | 0.0962 | 0.09634 | 0.09858 | 0.1034 | 0.0978 | 0.09973 | 0.09815 | 0.09777 | 0.0969 |
| 4 | 0.4766 | 0.4742 | 0.4803 | 0.4800 | 0.4763 | 0.4842 | 0.4708 | 0.4755 | 0.4719 | 0.4769 | 0.4749 |
| 5 | 0.8347 | 0.8187 | 0.8139 | 0.7974 | 0.8064 | 0.7978 | 0.7992 | 0.8212 | 0.8167 | 0.8111 | 0.8157 |
| 6 | 1.512 | 1.508 | 1.484 | 1.468 | 1.494 | 1.486 | 1.477 | 1.471 | 1.504 | 1.517 | 1.481 |
| 7 | 1.854 | 1.805 | 1.791 | 1.772 | 1.819 | 1.842 | 1.805 | 1.822 | 1.815 | 1.809 | 1.800 |
| 7 | 1 | 0.0140 | 0.0149 | 0.0143 | 0.0133 | 0.0127 | 0.0138 | 0.0122 | 0.0119 | 0.0135 | 0.0141 | 0.0139 |
| 2 | 0.0262 | 0.0267 | 0.0256 | 0.0275 | 0.0245 | 0.0223 | 0.0219 | 0.0239 | 0.0268 | 0.0259 | 0.0244 |
| 3 | 0.101 | 0.100 | 0.099 | 0.100 | 0.099 | 0.096 | 0.098 | 0.097 | 0.103 | 0.103 | 0.099 |
| 4 | 0.462 | 0.468 | 0.470 | 0.478 | 0.481 | 0.491 | 0.488 | 0.478 | 0.469 | 0.473 | 0.481 |
| 5 | 0.812 | 0.802 | 0.829 | 0.828 | 0.795 | 0.820 | 0.810 | 0.819 | 0.827 | 0.795 | 0.792 |
| 6 | 1.473 | 1.480 | 1.478 | 1.471 | 1.502 | 1.521 | 1.513 | 1.519 | 1.482 | 1.485 | 1.501 |
| 7 | 1.843 | 1.835 | 1.858 | 1.855 | 1.813 | 1.859 | 1.812 | 1.819 | 1.850 | 1.821 | 1.862 |

附 录 C

（资料性）

直接测定-电感耦合等离子体发射光谱法精密度试验原始数据

方法3的精密度数据是在2020年由7家试验室对锡量的5个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的锡量在重复性条件下独立测定11次。测量原始数据见表C。

表C 直接测定-电感耦合等离子体发射光谱法精密度试验原始数据

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 实验室 | 水平数 | 锡量的质量分数*w*/%，（n=11） |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
| 1 | 1 | 0.106 | 0.0951 | 0.101 | 0.107 | 0.0968 | 0.0982 | 0.0967 | 0.113 | 0.0978 | 0.0987 | 0.0997 |
| 2 | 0.474 | 0.478 | 0.493 | 0.504 | 0.458 | 0.452 | 0.465 | 0.469 | 0.472 | 0.471 | 0.486 |
| 3 | 0.794 | 0.756 | 0.810 | 0.785 | 0.780 | 0.765 | 0.802 | 0.779 | 0.774 | 0.791 | 0.789 |
| 4 | 1.475 | 1.448 | 1.494 | 1.505 | 1.425 | 1.434 | 1.479 | 1.461 | 1.457 | 1.507 | 1.487 |
| 5 | 1.833 | 1.869 | 1.860 | 1.905 | 1.823 | 1.805 | 1.795 | 1.810 | 1.843 | 1.872 | 1.827 |
| 2 | 1 | 0.101 | 0.0985 | 0.112 | 0.0978 | 0.108 | 0.115 | 0.0974 | 0.0947 | 0.121 | 0.105 | 0.0998 |
| 2 | 0.508 | 0.488 | 0.479 | 0.472 | 0.479 | 0.486 | 0.511 | 0.492 | 0.495 | 0.475 | 0.461 |
| 3 | 0.805 | 0.768 | 0.785 | 0.774 | 0.796 | 0.775 | 0.812 | 0.765 | 0.782 | 0.791 | 0.784 |
| 4 | 1.466 | 1.498 | 1.425 | 1.478 | 1.469 | 1.458 | 1.466 | 1.439 | 1.485 | 1.492 | 1.477 |
| 5 | 1.825 | 1.845 | 1.795 | 1.785 | 1.833 | 1.824 | 1.815 | 1.811 | 1.791 | 1.813 | 1.762 |
| 3 | 1 | 0.103 | 0.102 | 0.0994 | 0.0997 | 0.0984 | 0.0993 | 0.102 | 0.106 | 0.0987 | 0.0996 | 0.0985 |
| 2 | 0.465 | 0.483 | 0.474 | 0.479 | 0.493 | 0.485 | 0.491 | 0.467 | 0.474 | 0.477 | 0.484 |
| 3 | 0.803 | 0.784 | 0.787 | 0.793 | 0.776 | 0.791 | 0.788 | 0.794 | 0.807 | 0.811 | 0.805 |
| 4 | 1.527 | 1.504 | 1.506 | 1.497 | 1.491 | 1.502 | 1.502 | 1.507 | 1.500 | 1.515 | 1.511 |
| 5 | 1.822 | 1.841 | 1.825 | 1.813 | 1.845 | 1.832 | 1.844 | 1.837 | 1.826 | 1.840 | 1.832 |
| 4 | 1 | 0.1022 | 0.0998 | 0.0986 | 0.1008 | 0.101 | 0.0996 | 0.1016 | 0.0989 | 0.0994 | 0.1028 | 0.1023 |
| 2 | 0.483 | 0.489 | 0.479 | 0.487 | 0.498 | 0.476 | 0.501 | 0.485 | 0.486 | 0.480 | 0.474 |
| 3 | 0.838 | 0.852 | 0.846 | 0.822 | 0.840 | 0.832 | 0.856 | 0.828 | 0.842 | 0.837 | 0.855 |
| 4 | 1.558 | 1.564 | 1.569 | 1.542 | 1.552 | 1.548 | 1.566 | 1.572 | 1.558 | 1.570 | 1.560 |
| 5 | 1.898 | 1.876 | 1.896 | 1.901 | 1.906 | 1.911 | 1.924 | 1.868 | 1.898 | 1.884 | 1.908 |
| 5 | 1 | 0.103 | 0.100 | 0.0993 | 0.0990 | 0.106 | 0.0986 | 0.101 | 0.100 | 0.0991 | 0.101 | 0.104 |
| 2 | 0.468 | 0.458 | 0.474 | 0.469 | 0.469 | 0.475 | 0.492 | 0.483 | 0.489 | 0.479 | 0.487 |
| 3 | 0.803 | 0.786 | 0.787 | 0.792 | 0.838 | 0.849 | 0.846 | 0.822 | 0.828 | 0.836 | 0.823 |
| 4 | 1.472 | 1.491 | 1.421 | 1.486 | 1.475 | 1.483 | 1.447 | 1.432 | 1.435 | 1.496 | 1.495 |
| 5 | 1.835 | 1.845 | 1.791 | 1.795 | 1.823 | 1.824 | 1.816 | 1.811 | 1.771 | 1.803 | 1.762 |
| 6 | 1 | 0.1052 | 0.0961 | 0.0915 | 0.0946 | 0.0962 | 0.1078 | 0.0983 | 0.0954 | 0.0971 | 0.0874 | 0.0948 |
| 2 | 0.4521 | 0.4822 | 0.4575 | 0.4644 | 0.4487 | 0.4793 | 0.4679 | 0.4744 | 0.4851 | 0.4648 | 0.4821 |
| 3 | 0.8051 | 0.7642 | 0.7518 | 0.7774 | 0.7625 | 0.7901 | 0.7712 | 0.8124 | 0.7817 | 0.7935 | 0.7980 |
| 4 | 1.478 | 1.437 | 1.514 | 1.537 | 1.469 | 1.418 | 1.447 | 1.482 | 1.475 | 1.467 | 1.416 |
| 5 | 1.792 | 1.837 | 1.724 | 1.817 | 1.747 | 1.824 | 1.784 | 1.860 | 1.732 | 1.812 | 1.756 |
| 7 | 1 | 0.108 | 0.104 | 0.102 | 0.103 | 0.106 | 0.110 | 0.106 | 0.111 | 0.105 | 0.103 | 0.102 |
| 2 | 0.468 | 0.458 | 0.474 | 0.469 | 0.469 | 0.475 | 0.492 | 0.482 | 0.472 | 0.453 | 0.446 |

续表

表C 直接测定--电感耦合等离子体发射光谱法精密度试验原始数据

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 实验室 | 水平数 | 锡量的质量分数*w*/%，（n=11） |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
| 7 | 3 | 0.828 | 0.837 | 0.823 | 0.804 | 0.831 | 0.810 | 0.839 | 0.825 | 0.788 | 0.798 | 0.835 |
| 4 | 1.467 | 1.506 | 1.480 | 1.478 | 1.517 | 1.476 | 1.519 | 1.460 | 1.488 | 1.513 | 1.469 |
| 5 | 1.824 | 1.815 | 1.845 | 1.806 | 1.814 | 1.810 | 1.835 | 1.842 | 1.834 | 1.830 | 1.800 |