

202×-××-××实施

202×-××-××发布

镍合金化学分析方法 第4部分:铬含量测定 硫酸亚铁铵电位滴定法

Methods for chemical analysis of nickel alloys - Part 4: Determination of chromium content - Potentiometric titration of ammonium ferrous sulfate

(ISO 7529:2017, Nickel alloys - Determination of chromium content - Potentiometric titration method with ammonium iron sulfate,IDT）

  **(预审稿)**

中华人民共和国国家标准

ICS 77.120.60

H 13

GB/T XXXX.4-202X/ISO 7529:2017

发布

国家市场监督管理总局

中国国家标准化管理委员会

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 XXXX《镍合金化学分析方法》的第1部分。GB/T XXXX已经发布了以下部分；

本文件使用翻译法等同采用ISO 7529:2017《镍合金 铬含量的测定 硫酸亚铁铵电位滴定法》。

本文件增加了“术语和定义”章。

本文件做了下列最小限度的编辑性改动：

——为与我国现有标准系列协调，将标准名称修改为《镍合金化学分析方法 第4部分:铬含量测定 硫酸亚铁铵电位滴定法》

——英文名称作了变动。

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）归口。

本文件起草单位：酒泉钢铁（集团）有限责任公司、北矿检测技术有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、山西太钢不锈钢股份有限公司、广西壮族自治区分析测试中心、深圳中金岭南有色金属股份有限公司、清远佳致新材料研究院有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、紫金矿业集团股份有限公司、甘肃宏基检测有限公司。

本文件主要起草人：

引  言

 对于镍合金。。。目前镍合金的检验方法无统一标准，GB/T XXXX旨在建立一套完整且切实可行的检验镍合金中各元素的标准方法，拟由8个部分组成：

——第1部分：钼含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第2部分：磷含量的测定 钼蓝分光光度法；

——第3部分：铌含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第4部分：铬含量的测定 硫酸亚铁铵电位滴定法；

——第5部分：铝含量测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第6部分：硅含量测定 火焰原子吸收光谱法；

——第7部分：钒含量测定 火焰原子吸收光谱法；

——第8部分：钴、铬、铜、铁和锰含量的测定 火焰原子吸收光谱法。

本文件可以确保国家标准的先进性，促进我国检测技术的进步，保证行业从业人员再生产、应用、科研、检测过程中有标准可依，填补我国在镍合金化学分析方法的空白。

镍合金化学分析方法

第4部分：铬含量测定 硫酸亚铁铵电位滴定法

* 1. 1 范围

本文件规定了硫酸亚铁铵电位滴定法测定镍合金5%～22% (m/m) 含量范围的铬。

本文件适用于钒含量小于0.2 % (m/m)的镍合金，适用于不包含不溶碳化铬的镍合金。

钒是合金中的可能存在的杂质，它会产生正偏差干扰。当浓度为0.2 % (m/m)时，该偏差相当于0.068% (m/m)的铬，约为该方法再现性的一半。

* 1. 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。

ISO 385 实验室玻璃器皿 滴定管（Laboratory glassware—Burettes）

**注：**GB/T 12805—2011 实验室玻璃仪器 滴定管（ISO 385:2005,NEQ）

ISO 648 实验室玻璃器皿 单标线体积吸管（Laboratory glassware—Single-volume pipettes）

**注：**GB/T 12808-2015实验室玻璃仪器 单标线吸量管

ISO 1042 实验室玻璃器皿 单标线容量瓶（Laboratory glassware—One-mark volumetric flasks）

**注：**GB/T 12806—2011 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶管（ISO 1042:1998,NEQ）

* 1. 3 术语与定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

* 1. 4 原理

用盐酸硝酸溶解，硫酸冒烟，水溶解盐类。以硝酸银为催化剂，用过硫酸铵氧化，将铬氧化为铬(VI)。通过煮沸去除过量的过硫酸盐，用盐酸还原锰(Vll)。用硫酸铁铵滴定铬(VI)，电位滴定法测定滴定终点。

* 1. 5 试剂

除非另有说明外，在分析过程中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或相当纯度的水。

5.1 盐酸：ρ20=1.19 g/mL。

5.2 盐酸：ρ20=1.19 g/mL，用水稀释配制成（1+3）。

5.3 硝酸：ρ20=1.41 g/mL。

5.4 硫酸：ρ20=1.84 g/mL，用水稀释配制成（1+1）。

5.5 硝酸银(AgNO3)，15 g/L溶液。

5.6 过硫酸铵(NH4)2S2O8)。

5.7 硝酸/盐酸混酸。

**警告:这种混酸腐蚀性很强，不稳定，静置时会有有毒气体氯气释放出来，应在通风柜中配制和使用，不得保存在密闭容器中。**

将25 mL硝酸(5.3)和75毫升盐酸(5.1)小心混合，混合液不稳定，现用现配。

5.8 重铬酸钾标准溶液，c(1/6 K2Cr2O7) = 0.100 mol/L。

将4.903克重铬酸钾(K2Cr2O7,最低纯度 99.95%)在105℃下干燥1小时，溶于500 mL水中。

转移到1000 mL的单标线容量瓶中，用水稀释至刻线，混匀。

5.9 硫酸亚铁铵标准溶液，c[(NH4)2Fe(SO4)2] = 0.1 mol/L。

5.9.1 配制

将40 g六水合硫酸亚铁铵[(NH4)2Fe(SO4)2.6H2O]溶于400 mL水中。在不断搅拌下，慢慢加入100 mL硫酸（见5.4）。

冷却后，转移到1 000 mL单标线容量瓶中，用水稀释至标线，混匀。

5.9.2 标定

用滴定管取40.00 mL重铬酸钾溶液(5.8)加入到盛有200 mL水的400 mL的高型烧杯中。加入10 mL硫酸（5.4），5 mL硝酸银溶液（5.5）和5 mL盐酸（5.2）。按8.2用硫酸亚铁铵溶液对该溶液进行电位滴定。

硫酸亚铁铵溶液的实际浓度 c 按下述公式（1）计算, 用铁的每升摩尔数表示：

 …………….………….… (1)

式中：

—标定用的重铬酸钾溶液的体积（=40.00），单位为毫升。

—滴定用的硫酸铁铵溶液的体积，单位为毫升。

* 1. 6 仪器

 实验室常规仪器和以下仪器：

6.1电位滴定仪

6.1.1指示电极，纯铂金材质，应保持清洁、高度抛光的状态。使用前应用硝酸(5.3)或王水浸渍并用水冲洗。

6.1.2参比电极，银/氯化银或甘汞。

应遵循制造商关于这些电极的说明进行保养和维护。

6.1.3滴定装置，包括一个400 mL烧杯，两个符合ISO 385 A级要求的50 mL滴定管，和一个磁力搅拌器。

6.1.4高阻抗电压表，通常，pH计可用作电压表。商业自动滴定仪或电位仪比手动系统有优势，因为滴定曲线是绘制而成，终点可以通过曲线的插值而非通过一阶或二阶导数计算获得(,10.2)。

6.2玻璃量具

所有玻璃量具都应符合ISO 385, ISO 648或ISO 1042的A级要求。

* 1. 7 取样及制样

实验室样品的取样和制备应按常规的协议程序进行，在发生争议时，按相应的国家标准进行。

实验室样本通常以铣或钻加工而成，不需要进一步的制备。

如果怀疑实验室样品被铣或钻孔过程中产生的油或油脂污染，应用高纯度丙酮清洗，然后在空气中干燥。

如果实验室样品中含有颗粒或颗粒大小相差较大的碎片，则测试样品应采用随机分样器分取。

* 1. 8分析步骤

8.1 测试溶液的制备

8.1.1按照表1称取含有20 mg至80 mg铬的试料，并将其转移到400 mL或600 mL高型烧杯中。

表1 称取的样品量

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 预期的铬含量% ，质量分数 | 样品量g | 称量精度g |
| 5～8 | 0.5～1.0 | 0.001 |
| 8～15 | 0.3～0.5 | 0.0005 |
| 15～22 | 0.2～0.3 | 0.0002 |

8.1.2

加入20 mL硝酸和盐酸混酸(5.7)加热至样品溶解。如果合金不易溶解，以每次1 mL的量逐次加入盐酸(5.1)，并继续加热直至溶解样品。对于有些合金，加入30mL盐酸(5.1)和2 mL硝酸(5.3)的混酸更有效。

如果实验室样品由大块金属屑组成，铬含量高于10% (m/m)时，可称取1g的试料，样品溶解后将测试溶液转移到100 mL的单标线容量烧瓶中，对铬含量为10 %～15% (m/m)的试料，用移液管分取50 mL，对铬含量为15 %～30% (m/m)的试料，用移液管分取25 mL，移入400 mL或600 mL高型烧杯中，按8.1.3步骤进行。

8.1.3向试液中加入20 mL稀释的硫酸(5.4)，蒸发至冒烟（明显出现硫酸烟1min或硫酸烟流下落，保证试液中氯完全除去）。稍微冷却，加入100 mL热水，煮沸，直到残渣溶解。（样品量大的低铬样品或含钨、钼、铌等元素的样品，硫酸近冒烟时，应防止快速冒烟时大量盐类沉淀引起的迸溅。）

8.1.4将溶液稀释至200 mL，加入多孔瓷片或沸珠，加热至沸腾。加入5 mL硝酸银溶液(见5.5)和5 g的过硫酸铵（5.6），保持持续微沸15 min，（剧烈沸腾易产生静沸，且过硫酸铵分解过快，造成迸溅和氧化剂不足）使铬完全氧化为铬(VI)。如果样品中锰的含量显著，粉红色可以持续大约10 min即表明铬被完全氧化了。对于铬含量很高而锰含量较低的样品，可以加几滴高锰酸钾溶液(10 g/L)来指示铬是否完全氧化。

8.1.5 加入5 mL稀释的盐酸（5.2）后，继续煮 5 min，直至所有的粉红色应全部消失。如果持续沸腾5 min后，高锰酸盐的颜色仍在，则再加5 mL盐酸，再煮沸5分钟, 重复此操作，直到高锰酸盐的颜色完全消失（此时保证溶液呈重铬酸钾的橙黄色，且氯化银白色沉淀明显可见）。

8.1.6 将溶液冷却至室温，按8.2规定的方法，用硫酸亚铁铵溶液(5.9)进行电位滴定。

8.2测定

将盛有测试溶液的烧杯放在滴定仪(6.1)的搅拌器上，插入指示电极(6.1)和参比电极(6.1.2)，然后连接到电压表(6.1.4)上。打开搅拌器，按表1用相应浓度的硫酸亚铁铵溶液(5.9)滴定 ，快速加入滴定剂，直到接近终点。（可预滴定至近终点余5 mL左右）继续以 0.l mL或逐滴加入滴定剂，每滴一次达到电位平衡后，记录滴定管读和电位的读数，继续滴定通过终点。通过插值或滴定曲线确定终点(见10.2)。

8.3空白试验

随同试料进行空白试验，不加试样，按照分析步骤只加等量的试剂。

8.4测定次数

平行测定至少两次。

* 1. 9 结果的表述

9.1 结果计算

按下述公式（2）计算铬含量，以质量百分数表示：

 …………….………….…（2）

式中：

*V0*——硫酸亚铁铵滴定空白消耗的体积，单位为毫升（mL）；

*V3*——硫酸亚铁铵滴定样品消耗的体积，单位为毫升（mL）；

c ——硫酸亚铁铵溶液的实际浓度，单位为摩尔/升（mol/L）；

*m* ——试料的质量，单位为克（g）；

*0.01733*——1.00 mL硫酸亚铁铵溶液（c=1.000 mol/L）对应的铬的质量。

9.2精密度

9.2.1实验室间试验

六个国家的14个实验室参加了镍合金分析方法的实验室间试验。其中10个实验室报出了完整的结果。表2所示成分的六个样品，分别在不同天进行了重复测定。

表2 测试样品的成分含量%（m/m）

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | Al | Co | Cr | Cu | Fe | Mn | Ni | Si | Ti |
| 825 | 0.2 | 0.07 | 21 | 1.6 | 30 | 0.7 | 余量 | 0.4 | 1.1 |
| 902 | 0.4 | 0.05 | 5 | 0.04 | 48 | 0.4 | 余量 | 0.35 | 2.5 |
| 3920 | 0.15 | 2 | 19 | 0.1 | 3 | 0.3 | 余量 | 0.6 | 2.3 |
| 3927 | 0.1 | 1 | 20 | 0.05 | 44 | 0.4 | 余量 | 0.8 | 0.6 |
| 7013 | 1.5 | 17 | 20 | 0.2 | 0.2 | 0.05 | 余量 | 0.7 | 2.4 |
| 7049 | 1 | 0.01 | 15 | 0.15 | 7 | 0.8 | 余量 | 0.3 | 2.3 |

9.2.2统计分析

根据IS0 5725采用重复测定的方法，对实验室间试验的结果进行评估。用ISO 5725:1986中描述的科克伦和迪克森检验对数据进行了统计异常值检验。

科克伦检验的原理是如果一组结果与其他结果相比，实验室内的差异太大，那么这些结果就是一个异常值。迪克森的测试是为了确定一个实验室的平均值是否与其他实验室的平均值相差太远。这两个测试都是在95%的置信水平上应用的。

在95%置信水平下，按照ISO 5725:1986计算了重复性和重现性。

表3给出了精密度结果见数据。

表3 精度数据(质量分数%)

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标准样品 | 平均值 | 室内标准差 | 室间标准差 | 重复性 | 再现性 |
| 825 | 21.37 | 0.042 | 0.00 | 0.12 | 0.12 |
| 903 | 5.17 | 0.051 | 0.00 | 0.14 | 0.14 |
| 3920 | 19.19 | 0.046 | 0.032 | 0.13 | 0.16 |
| 3927 | 20.31 | 0.057 | 0.055 | 0.16 | 0.22 |
| 7013 | 19.52 | 0.071 | 0.00 | 0.20 | 0.20 |
| 7049 | 15.04 | 0.048 | 0.022 | 0.14 | 0.20 |

对于样品825，一个实验室被拒绝因为Cochran和Dixon离群值，两个实验室被拒绝因为Cochran离群值。 对于样品3920和7049，一个实验室被分别拒绝因科克伦异常值。然而，所有这些结果都可以被归类为统计上的离群，并且在IS0 5725中给出的不那么严格的临界水平上不会被拒绝。

* 1. 10分析步骤说明

10.1含钒合金

如果钒存在于合金中，会使铬的结果产生正偏差。铬对钒的毫克重量之比是0.340。因此，如果已知钒的含量，可以用铬的含量减去钒的含量乘以0.340进行修正。在钒的质量分数为0.2%时，这个修正是质量分数0,068%，约为该方法重现性的一半，被认为是不显著的。

10.2终点的确定

常规的滴定法，通常在滴定终点后利用肉眼进行终点的判定。与这类常规的可视化终点判定不同的是，电位滴定终点的判定具备高度准确性和可重复性。因为目视滴定的滴定终点通常在等量之后，电位滴定的准确性和可重复性的评估不同于正常的目视终点终点滴定。经典的S形滴定曲线显示，在滴定等当点附近，电位急剧上升。曲线陡峭部分的中点通常为滴定曲线的突变点，与对称滴定曲线的等当点相重合。对于非对称的滴定曲线，其等当点与中点不重合，但当等当点附近电位的变化足够大时，终点差异导致的滴定误差可以忽略不计。

手动电位滴定，由于需要建立平衡电位和对每次添加滴定剂进行记录，因而这一过程十分缓慢。在等当点附近，在等量点附近，电位发生较大变化后，应仅少量加入滴定液，并进行至少三次测试。根据记录的数据，可以通过绘制滴定曲线和从曲线的陡峭部分插值来确定终点。然而，更可取的是计算一阶导数(dE/dV)，它在等当点有一个最大值。终点体积的准确值可以通过计算电位体积比的二阶导数来确定，终点处二阶导数数值近乎为0。如果在大的电位变化前后加入等量的滴定液，很容易看出二阶导数函数在两次滴加之间改变了符号。因此，它一定在某一点上通过了零点，而该点由插值确定。

使用自动滴定仪直接记录滴定曲线或以数字形式处理数据，具有很大的优势。在本文件中推荐使用这样的仪器。

* 1. 10试验报告

测试报告应包括以下信息：

1. 所用方法的引用；
2. 样品、实验室和分析日期或检测报告的识别所需的所有信息；
3. 结果及其表达单位；
4. 独立重复次数；
5. 在测定过程中注意到的任何异常特征；
6. 本文件未规定的任何操作或可能影响结果的任何操作；
7. 负责人签字。

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

**附录A**

**(资料性）**

**精密度试验附加资料**

精密度试验所用试样列于表A.1。精密度试验结果的原始数据和获得的铬的详细结果见表A.2和表A.3

**表A.1精密度试验用样品信息**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **样品编号** | **Al%** | **Co%** | **Cr%** | **Cu%** | **Fe%** | **Mn%** | **Ni%** | **Si%** | **Ti%** | **Mo%** | **Nb%** | **W%** |
| **镍合金**1# | / | 0.03 | 1.2 | 60 | 0.6 | 0.5 | 33 | 0.3 | / | / | / | / |
| **镍合金**2# | / | / | 2.8 | 0.03 | 15 | 1 | 80 | 1.4 | / | / | / | / |
| **镍合金**3# | 1.5 | 4.9 | 5.5 | 40 | 0.5 | 0.3 | 41.7 | 0.2 | 1.1 | 1.4 | 0 | 0 |
| **镍合金**4# | 0.4 | 0 | 7.5 | 0 | 12.5 | 0.7 | 74.7 | 1 | 0.8 | 1 | 0.3 | 1.3 |
| **镍合金**5# | 4.4 | 14.5 | 14 | 0.004 | 0.2 | 0.01 | 59 | 0.04 | 3.4 | 4.2 | 0.03 | 0.05 |
| **镍合金**6# | 1.2 | / | 14 | 0.18 | 2 | 0.04 | 75 | 0.11 | 2.1 | 2.9 | 1.8 | / |
| **镍合金**7# | / | / | 16 | 0.05 | 9.6 | 0.3 | 73 | 0.4 | 0.01 | / | / | / |
| **镍合金**8# | 1.3 | / | 17 | 0.012 | 7.6 | 0.01 | 64 | 0.1 | 2.4 | 2.9 | 0.8 | 3.9 |
| **镍合金**9# | 1.8 | / | 18 | 0.4 | 14 | 0.5 | 55 | 0.4 | 1.4 | 3.3 | 5.4 | / |
| **镍合金10**# | 0.02 | 0.04 | 18 | 0.03 | 44 | 1.3 | 15 | 1.2 | 0.02 | 0.1 | 0.19 |  |
| **镍合金11**# | / | 0.13 | 20 | / | 11 | 0.3 | / | 1 | / | 15.5 |  | 5.5 |
| **镍合金12**# | 0.2 | / | 21 | 0.02 | 22 | 0.1 | 50 | 0.2 | 0.2 | 2.2 | 4.3 | / |

**表A.2精密度试验原始**

|  |  |
| --- | --- |
| 实验室i | 水平j |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 |
| 1 | 1.26  | 2.79  | 5.45  | 7.56  | 14.37  | 14.48  | 15.84  | 17.32  | 17.80  | 18.34  | 19.90  | 21.24  |
| 1.26  | 2.83  | 5.52  | 7.62  | 14.32  | 14.34  | 15.84  | 17.41  | 17.92  | 18.29  | 19.95  | 21.33  |
| 1.25  | 2.82  | 5.54  | 7.52  | 14.34  | 14.31  | 15.80  | 17.45  | 17.92  | 18.32  | 19.97  | 21.20  |
| 1.26  | 2.85  | 5.52  | 7.55  | 14.29  | 14.37  | 15.78  | 17.42  | 17.99  | 18.30  | 19.89  | 21.22  |
| 2 | 1.65  | 3.01  | 5.87  | 7.85  | 14.20  | 14.14  | 15.91  | 17.34  | 17.76  | 18.60  | 19.81  | 21.18  |
| 1.67  | 3.11  | 5.91  | 7.83  | 14.29  | 14.13  | 15.83  | 17.41  | 17.69  | 18.57  | 19.72  | 21.23  |
| 1.64  | 3.08  | 5.83  | 7.75  | 14.24  | 14.07  | 15.90  | 17.39  | 17.86  | 18.48  | 19.87  | 21.18  |
| 1.70  | 3.02  | 5.95  | 7.78  | 14.21  | 14.10  | 15.99  | 17.42  | 17.67  | 18.68  | 19.79  | 21.07  |
| 3 | 1.23  | 2.78  | 5.51  | 7.56  | 14.33  | 14.32  | 15.81  | 17.48  | 17.92  | 18.42  | 20.19  | 21.25  |
| 1.23  | 2.78  | 5.52  | 7.57  | 14.32  | 14.29  | 15.82  | 17.39  | 17.94  | 18.38  | 20.27  | 21.16  |
| 1.24  | 2.78  | 5.51  | 7.54  | 14.35  | 14.33  | 15.82  | 17.46  | 17.92  | 18.48  | 20.24  | 21.29  |
| 1.24  | 2.78  | 5.51  | 7.55  | 14.28  | 14.32  | 15.74  | 17.47  | 17.94  | 18.35  | 20.20  | 21.22  |
| 4 | 1.26  | 2.81  | 5.69  | 7.74  | 14.28  | 14.23  | 15.77  | 17.43  | 17.80  | 18.37  | 19.93  | 21.15  |
| 1.26  | 2.80  | 5.65  | 7.71  | 14.33  | 14.27  | 15.74  | 17.39  | 17.74  | 18.33  | 19.90  | 21.18  |
| 1.25  | 2.80  | 5.65  | 7.70  | 14.34  | 14.33  | 15.80  | 17.46  | 17.87  | 18.39  | 19.98  | 21.20  |
| 1.25  | 2.78  | 5.70  | 7.76  | 14.29  | 14.34  | 15.80  | 17.47  | 17.84  | 18.36  | 19.88  | 21.24  |
| 5 | 1.24  | 2.83  | 5.63  | 7.69  | 14.25  | 14.32  | 15.80  | 17.44  | 17.69  | 18.27  | 20.01  | 21.19  |
| 1.19  | 2.82  | 5.68  | 7.71  | 14.19  | 14.36  | 15.81  | 17.53  | 17.74  | 18.30  | 20.10  | 21.25  |
| 1.27  | 2.79  | 5.59  | 7.72  | 14.29  | 14.45  | 15.67  | 17.57  | 17.82  | 18.24  | 20.19  | 21.19  |
| 1.24  | 2.87  | 5.68  | 7.60  | 14.26  | 14.40  | 15.72  | 17.60  | 17.71  | 18.36  | 20.11  | 21.26  |
| 6 | 1.24  | 2.82  | 5.68  | 7.71  | 14.28  | 14.38  | 15.80  | 17.39  | 17.82  | 18.39  | 20.09  | 21.10  |
| 1.26  | 2.76  | 5.65  | 7.64  | 14.27  | 14.34  | 15.66  | 17.32  | 17.75  | 18.34  | 20.08  | 21.09  |
| 1.26  | 2.80  | 5.68  | 7.63  | 14.25  | 14.39  | 15.79  | 17.44  | 17.80  | 18.42  | 20.06  | 21.11  |
| 1.26  | 2.80  | 5.66  | 7.66  | 14.29  | 14.30  | 15.82  | 17.34  | 17.84  | 18.45  | 20.10  | 21.13  |
| 7 | 1.24  | 2.80  | 5.68  | 7.73  | 14.38  | 14.45  | 15.76  | 17.58  | 17.85  | 18.35  | 20.27  | 21.27  |
| 1.24  | 2.79  | 5.68  | 7.72  | 14.43  | 14.43  | 15.82  | 17.52  | 17.82  | 18.41  | 20.28  | 21.39  |
| 1.23  | 2.79  | 5.66  | 7.75  | 14.43  | 14.38  | 15.76  | 17.52  | 17.76  | 18.28  | 20.36  | 21.31  |
| 1.25  | 2.80  | 5.66  | 7.73  | 14.43  | 14.43  | 15.81  | 17.55  | 17.87  | 18.30  | 20.23  | 21.31  |
| 8 | 1.26  | 2.89  | 5.68  | 7.72  | 14.36  | 14.29  | 15.74  | 17.45  | 17.94  | 18.34  | 19.92  | 21.25  |
| 1.23  | 2.78  | 5.61  | 7.83  | 14.30  | 14.45  | 15.78  | 17.42  | 17.79  | 18.29  | 20.17  | 21.21  |
| 1.26  | 2.77  | 5.59  | 7.72  | 14.37  | 14.35  | 15.90  | 17.26  | 17.95  | 18.53  | 20.06  | 21.19  |
| 1.25  | 2.74  | 5.64  | 7.65  | 14.35  | 14.31  | 15.67  | 17.32  | 17.97  | 18.28  | 20.10  | 21.17  |
| 9 | 1.29  | 2.80  | 5.61  | 7.63  | 14.34  | 14.32  | 15.84  | 17.50  | 17.71  | 18.34  | 19.88  | 21.13  |
| 1.27  | 2.84  | 5.61  | 7.67  | 14.36  | 14.44  | 15.79  | 17.58  | 17.87  | 18.27  | 20.04  | 21.16  |
| 1.28  | 2.80  | 5.55  | 7.60  | 14.28  | 14.29  | 15.86  | 17.62  | 17.76  | 18.22  | 19.92  | 21.16  |
| 1.27  | 2.84  | 5.55  | 7.59  | 14.27  | 14.35  | 15.80  | 17.55  | 17.78  | 18.23  | 19.92  | 21.25  |
| 极差 | 0.514  | 0.370  | 0.500  | 0.334  | 0.242  | 0.405  | 0.326  | 0.364  | 0.317  | 0.464  | 0.636  | 0.321  |

**表A.3精密度试验统计结果**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **平均值** | **1.25** | **2.80** | **5.61** | **7.67** | **14.31** | **14.35** | **15.79** | **17.45** | **17.83** | **18.34** | **20.04** | **21.21** |
| sr2 | 0.000 | 0.001 | 0.001 | 0.002 | 0.001 | 0.003 | 0.003 | 0.003 | 0.004 | 0.004 | 0.004 | 0.002 |
| sL2 | 0.0002 | 0.0000 | 0.0045 | 0.0065 | 0.0027 | 0.0012 | -0.0001 | 0.0053 | 0.0042 | 0.0017 | 0.0233 | 0.0030 |
| sR2 | 0.0002 | 0.0009 | 0.005 | 0.008 | 0.004 | 0.004 | 0.003 | 0.008 | 0.008 | 0.005 | 0.027 | 0.005 |
| sr | 0.000 | 0.032 | 0.032 | 0.045 | 0.032 | 0.055 | 0.055 | 0.055 | 0.063 | 0.063 | 0.063 | 0.045 |
| sR | 0.014 | 0.030 | 0.071 | 0.089 | 0.063 | 0.063 | 0.055 | 0.089 | 0.089 | 0.071 | 0.164 | 0.071 |
| r | 0.02 | 0.09 | 0.10 | 0.12 | 0.09 | 0.15 | 0.15 | 0.15 | 0.18 | 0.17 | 0.17 | 0.13 |
| R | 0.04 | 0.09 | 0.33 | 0.25 | 0.17 | 0.17 | 0.15 | 0.25 | 0.25 | 0.20 | 0.46 | 0.20 |