|  |  |
| --- | --- |
| ICS  | 77.160 |
| CCS  | H 16 |

|  |
| --- |
| YS |

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX.2—XXXX

粗氢氧化镍钴化学分析方法

第2部分：铬、磷、锰含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of crude nickel cobalt hydroxide— Part 2：Determination of chromium, phosphorus and manganese contents— Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

（本草案完成时间：2022.3.20）

XXXX - XX - XX发布

XXXX - XX - XX实施

中 华 人 民 共 和 国 工 业 和 信 息 化 部  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YS/T XXXX《粗氢氧化镍钴化学分析方法》的第2部分。YS/T XXXX已经发布了以下部分：

——第1部分：镍含量的测定 丁二酮肟重量法；

——第2部分：铬、磷、锰含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第3部分：氟离子含量的测定 离子选择性电极法；

——第4部分：铜、铝、锂、锌、镉、铅、砷含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第5部分：水分含量的测定 烘箱干燥法；

——第6部分：盐酸不溶物含量的测定 重量法；

——第7部分：锰含量的测定 电位滴定法。

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。

本文件起草单位：国标（北京）检验认证有限公司、广东邦普循环科技有限公司、广东佳纳能源科技有限公司、北矿检测技术有限公司、中国检验认证集团广西有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、大冶有色设计研究院有限公司、荆门市格林美新材料有限公司、广西壮族自治区分析测试研究中心、浙江华友钴业股份有限公司、中国有色桂林矿产地质研究有限公司、通标标准技术服务有限公司、长沙矿冶研究院有限公司、紫金铜业有限公司、湖南邦普循环科技有限公司。

本文件主要起草人：胡梦桥、赵艳、陈雄飞、李长东、冯焕村、苏春风、江荆、杨建兵、陈兰、杨亚琴、韦丽丽、唐碧玉、杨琛、崔浩、黄春燕、唐盛贺、谢柏华、唐红辉、骆月英、罗海霞、叶玲玲、陈江源、施小英、聂云青、廖星武、宋玉芳、田新、桑永珠、陈彩霞。

1. 引言

粗氢氧化镍钴是一种含镍钴元素的二元湿法冶炼中间品，是由锂离子电池废料经预处理预处理、酸溶、除杂、碱沉等湿法富集工艺得到的具有较高利用价值、对环境无污染的产品，可作为生产镍钴锰三元素复合氢氧化物、镍钴锰酸锂、镍或钴的化工盐及其他相关材料的原料。粗氢氧化镍钴产品的化学成分直接影响到产品质量的好坏，建立一套针对粗氢氧化镍钴化学成分的分析方法标准是十分必要的。

YS/T XXXX《粗氢氧化镍钴化学分析方法》由7个部分构成。

——第1部分：镍含量的测定 丁二酮肟重量法；

——第2部分：铬、磷、锰含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第3部分：氟离子含量的测定 离子选择性电极法；

——第4部分：铜、铝、锂、锌、镉、铅、砷含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第5部分：水分含量的测定 烘箱干燥法；

——第6部分：盐酸不溶物含量的测定 重量法；

——第7部分：锰含量的测定 电位滴定法。

本文件目的在于规范粗氢氧化镍钴中微量杂质元素铬、磷、锰含量的测试方法及其精密度。铬、磷、锰作为粗氢氧化镍钴中杂质元素，其含量多少对下游产品的电化学性能具有重要影响。因此，十分有必要针对铬、磷、锰含量的测定单独编制一个标准。本文件的制定为科学、准确的测定粗氢氧化镍钴的铬、磷、锰含量提供了依据，对于减少供需双方之间因检测误差造成的商业纠纷以及促进产品的贸易发展具有重要作用。

粗氢氧化镍钴化学分析方法

第2部分：铬、磷、锰含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本文件规定了粗氢氧化镍钴中铬、磷、锰含量的测定方法。

本文件适用于粗氢氧化镍钴中铬、磷、锰含量的测定。测定范围见表1。

表1 测定范围（质量分数）

|  |  |
| --- | --- |
| 元素 | 测定范围（质量分数）% |
| 铬 | 0.0010～0.10 |
| 磷 | 0.10～2.00 |
| 锰 | 0.050～3.00 |

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 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

YS/T 1460—2021 粗氢氧化镍钴

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试料经盐酸溶解。在稀盐酸介质中，于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上测定铬、磷、锰元素的发射强度，采用标准加入法计算得到铬、磷、锰的质量浓度，以质量分数表示测定结果。

5 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂。

5.1 符合GB/T 6682要求的二级水及以上纯度的水。

5.2 盐酸（1+1）。

5.3 锰标准贮存溶液：称取1.0000 g金属锰(*ω*Mn≥99.99%)于250 mL烧杯中，加入20 mL盐酸(5.2)，低温加热溶解后，冷却，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg锰。或者使用市售有证标准溶液。

5.4 铬标准贮存溶液：称取0.1000 g金属铬(*ω*Cr质量分数≥99.99%)于250 mL烧杯中，加入20 mL盐酸(5.2)，低温加热溶解后，冷却，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含0.1 mg铬。或者使用市售有证标准溶液。

5.5 磷标准溶液：称取0.4264 g磷酸氢二铵(NH4H2PO4)于250 mL烧杯中，加入20 mL盐酸(5.2)，低温加热溶解后，冷却，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含0.1 mg磷。或者使用市售有证标准溶液。

5.6 锰标准溶液：移取10.00 mL锰标准贮存溶液（5.3）于100 mL容量瓶中，加入4 mL盐酸（5.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含0.1 mg的锰。

5.7 铬标准溶液：移取10.00 mL铬标准贮存溶液（5.3）于100 mL容量瓶中，加入4 mL盐酸（5.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含0.01 mg的铬。

6 仪器设备

6.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪：在仪器的最佳工作条件下，连续测量各被测元素最小浓度的标准溶液10次，其发射强度的相对标准偏差应不大于2.0％。

6.2 各被测元素推荐的分析谱线见表2。

表2 推荐的分析谱线

|  |  |
| --- | --- |
| 元素 | 波长nm |
| 铬 | 283.56 |
| 磷 | 213.61 |
| 锰 | 257.61 |

7 样品

7.1 按YS/T 1460—2021的7.4要求取样与制样。

7.2 样品分析前应在105℃±2℃下烘干4 h，置于干燥器中冷却至室温后立即称取。

8 试验步骤

8.1 试料

按表3称取样品（7），精确到0.0001 g。

表3 试料量、溶样烧杯规格及溶样酸加入体积

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 被测元素 | 试料量g | 烧杯规格mL | 加入盐酸（5.1）的体积mL |
| 铬 | 5.00 | 300 | 40 |
| 磷 | 1.00 | 250 | 20 |
| 锰 | 1.00 | 250 | 20 |

8.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

8.4 测定

8.4.1 按表3将试料（8.1）置于相应体积的烧杯中，加少量水润湿，加入相应体积的盐酸（5.2），盖上表面皿，低温加热至完全溶解，取下，冷却至室温。移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

8.4.2 铬系列标准溶液的配制

8.4.2.1 当铬的质量分数为0.001%～0.010%时：移取10.00 mL试液（8.4.1），分别置于一组100 mL容量瓶中。依次加入0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.50 mL、5.00 mL、10.00 mL铬标准溶液（5.7），各加入4 mL盐酸（5.2），用水稀释至刻度，混匀。

8.4.2.2 当铬的质量分数为＞0.010%～0.10%时：移取10.00 mL试液（8.4.1），分别置于一组100 mL容量瓶中。依次加入0 mL、0.50 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、6.00 mL铬标准溶液（5.4），各加入4 mL盐酸（5.2），用水稀释至刻度，混匀。

8.4.3 磷系列标准溶液的配制：移取10.00 mL试液（8.4.1），分别置于一组100 mL容量瓶中。依次加入0 mL、1.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL、30.00 mL磷标准溶液（5.5），各加入4 mL盐酸（5.2），用水稀释至刻度，混匀。

8.4.4 锰系列标准溶液的配置

8.4.4.1 当锰的质量分数为0.050%～0.50%时：移取10.00 mL试液（8.4.1），分别置于一组100 mL容量瓶中。依次加入0 mL、0.50 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、6.00 mL锰标准溶液（5.6），各加入4 mL盐酸（5.2），用水稀释至刻度，混匀。

8.4.4.2 当锰的质量分数为＞0.50%～3.00%时：移取10.00 mL试液（8.4.1），分别置于一组100 mL容量瓶中。依次加入0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL锰标准溶液（5.3），各加入4 mL盐酸（5.2），用水稀释至刻度，混匀。

8.4.5 于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，在表2推荐的分析谱线处，测量被测元素系列标准溶液（8.4.2～8.4.4）的发射强度，以被测元素的质量浓度为横坐标，发射强度为纵坐标，绘制工作曲线。工作曲线的线性相关系数应不小于0.999。工作曲线反向延长线与横坐标相交，交点即为试液中被测元素的质量浓度。

9 试验数据处理

被测元素含量以被测元素的质量分数*ωx*计，按公式（1）计算：

...........................（1）

式中：

*x* ——被测元素铬、磷、锰；

*ρx*——自校准曲线上查得样品溶液中被测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*ρ*0 ——自校准曲线上查得空白试液中被测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*V*2——测试溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V* ——试液定容的总体积，单位为毫升（mL）；

*m*——试料的质量，单位为克（g）；

*V*1——分取试液的体积，单位为毫升（mL）；

计算结果表示至小数点后两位。当质量分数小于0.10%时，计算结果表示至小数点后三位；当质量分数小于0.010%时，计算结果表示至小数点后四位。数值修约按GB/T 8170的规定执行。

10 精密度

10.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表4给出的平均值范围内，两个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4数据采用线性内插法或外延法求得。精密度实验原始数据参见附录A。

表4 重复性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *ω*Cr/% | 0.0029 | 0.010  | 0.051 | 0.088 |
| *r* | 0.0003 | 0.001 | 0.003 | 0.005 |
| *ω*P/% | 0.12 | 0.30 | 0.76 | 1.36 |
| *r* | 0.01 | 0.02 | 0.03 | 0.03 |
| *ω*Mn/% | 0.068 | 0.21 | 1.05 | 2.83 |
| *r* | 0.004 | 0.02 | 0.04 | 0.05 |

10.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表5给出的平均值范围内，两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（*R*），超过再现性限（*R*）的情况不超过5%，再现性限（*R*）按表5数据采用线性内插法或外延法求得。精密度实验原始数据参见附录A。

表5 再现性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *ω*Cr/% | 0.0029 | 0.010  | 0.051 | 0.088 |
| *R* | 0.0010  | 0.003 | 0.005 | 0.008 |
| *ω*P/% | 0.12  | 0.30  | 0.76  | 1.36  |
| *R* | 0.03 | 0.04 | 0.06 | 0.11  |
| *ω*Mn/% | 0.068 | 0.21 | 1.05 | 2.83 |
| *R* | 0.010  | 0.04 | 0.11 | 0.16 |

11 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

——试验对象；

——本文件编号；

——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。

1.
2. （资料性）
精密度试验原始数据

精密度数据是在2021年由15家实验室对4个不同水平的样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的样品在重复性条件下独立测定5～11次。测定的原始数据见表A.1～A.3。

A.1 铬的精密度试验原始数据

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 实验室 | 水平数 | *n* |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
| 1 | 1# | 0.0029 | 0.0030  | 0.0032  | 0.0029  | 0.0032  | 0.0032  | 0.0031  | 0.0032  | 0.0033  | 0.0030  | 0.0030  |
| 2# | 0.010  | 0.010  | 0.011  | 0.010  | 0.010  | 0.010  | 0.010  | 0.010  | 0.010  | 0.011  | 0.010  |
| 3# | 0.049  | 0.049  | 0.049  | 0.050  | 0.049  | 0.051  | 0.049  | 0.049  | 0.051  | 0.050  | 0.050  |
| 4# | 0.086  | 0.087  | 0.086  | 0.085  | 0.086  | 0.088  | 0.084  | 0.086  | 0.086  | 0.088  | 0.088  |
| 2 | 1# | 0.0029 | 0.0029  | 0.0031  | 0.0031  | 0.0030  | 0.0030  | 0.0030  | 0.0030  | 0.0030  | 0.0030  | 0.0030  |
| 2# | 0.011  | 0.011  | 0.012  | 0.012  | 0.011  | 0.011  | 0.011  | 0.011  | 0.011  | 0.011  | 0.011  |
| 3# | 0.051  | 0.052  | 0.050  | 0.051  | 0.050  | 0.053  | 0.052  | 0.053  | 0.054  | 0.051  | 0.052  |
| 4# | 0.094  | 0.095  | 0.089  | 0.090  | 0.093  | 0.093  | 0.092  | 0.092  | 0.092  | 0.090  | 0.093  |
| 3 | 1# | 0.0032 | 0.0033 | 0.0031 | 0.003 | 0.0033 | 0.0031 | 0.0033 | 0.0033 | 0.0034 |  |  |
| 2# | 0.010  | 0.010  | 0.001  | 0.011  | 0.011  | 0.011  | 0.010  | 0.010  | 0.010  |  |  |
| 3# | 0.050  | 0.050  | 0.052  | 0.051  | 0.053  | 0.049  | 0.050  | 0.053  | 0.051  |  |  |
| 4# | 0.089  | 0.088  | 0.095  | 0.092  | 0.088  | 0.092  | 0.090  | 0.089  | 0.089  |  |  |
| 4 | 1# | 0.0024 | 0.0025 | 0.0025 | 0.0024 | 0.0024 | 0.0024 | 0.0024 | 0.0024 | 0.0024 | 0.0024 | 0.0024 |
| 2# | 0.010  | 0.010  | 0.011  | 0.010  | 0.010  | 0.010  | 0.010  | 0.010  | 0.010  | 0.011  | 0.011  |
| 3# | 0.054  | 0.052  | 0.051  | 0.053  | 0.053 | 0.053 | 0.053 | 0.052 | 0.053 | 0.053 | 0.054 |
| 4# | 0.096  | 0.094  | 0.094  | 0.092  | 0.092 | 0.091 | 0.089 | 0.091 | 0.089 | 0.093 | 0.093 |
| 5 | 1# | 0.0028 | 0.0027 | 0.0032 | 0.0031 | 0.003 | 0.003 | 0.0032 | 0.0033 | 0.0029 | 0.0028 | 0.0027 |
| 2# | 0.0095 | 0.0097 | 0.010  | 0.010  | 0.0099 | 0.010  | 0.0099 | 0.0099 | 0.0098 | 0.010  | 0.010  |
| 3# | 0.051  | 0.050  | 0.050  | 0.049  | 0.052  | 0.055  | 0.053  | 0.053  | 0.052  | 0.054  | 0.054  |
| 4# | 0.088  | 0.089  | 0.087  | 0.087  | 0.090  | 0.089  | 0.088  | 0.087  | 0.089  | 0.088  | 0.087  |
| 6 | 1# | 0.0030  | 0.0034  | 0.0030  | 0.0035  | 0.0032  | 0.0034  | 0.0035  | 0.0031  | 0.0032  |  |  |
| 2# | 0.010  | 0.011  | 0.011  | 0.011  | 0.011  | 0.011  | 0.011  | 0.011  | 0.010  |  |  |
| 3# | 0.051  | 0.051  | 0.052  | 0.052  | 0.051  | 0.049  | 0.053  | 0.051  | 0.052  |  |  |
| 4# | 0.086  | 0.086  | 0.085  | 0.087  | 0.085  | 0.089  | 0.088  | 0.085  | 0.090  |  |  |

A.1 铬的精密度试验原始数据（续）

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 实验室 | 水平数 | *n* |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
| 7 | 1# | 0.0032 | 0.0033 | 0.0032 | 0.0033 | 0.0032 | 0.0032 | 0.0032 | 0.0032 | 0.0032 | 0.0030 | 0.0033 |
| 2# | 0.011  | 0.010  | 0.010  | 0.010  | 0.010  | 0.011  | 0.010  | 0.011  | 0.011  | 0.010  | 0.010  |
| 3# | 0.050  | 0.051  | 0.051  | 0.052  | 0.051  | 0.052  | 0.052  | 0.052  | 0.052  | 0.052  | 0.052  |
| 4# | 0.090  | 0.090  | 0.090  | 0.091  | 0.091  | 0.092  | 0.092  | 0.092  | 0.091  | 0.091  | 0.091  |
| 8 | 1# | 0.0020  | 0.0021 | 0.0020  | 0.0021 | 0.0021 | 0.0021 | 0.0021 | 0.002 | 0.0021 | 0.0021 | 0.0021 |
| 2# | 0.0090  | 0.0090  | 0.0090  | 0.010  | 0.0090  | 0.010  | 0.0090  | 0.010  | 0.0090  | 0.010  | 0.010  |
| 3# | 0.047 | 0.047 | 0.047 | 0.048 | 0.048 | 0.048 | 0.048 | 0.048 | 0.048 | 0.048 | 0.048 |
| 4# | 0.086 | 0.087 | 0.088 | 0.087 | 0.086 | 0.087 | 0.088 | 0.088 | 0.087 | 0.087 | 0.087 |
| 9 | 1# | 0.0029 | 0.0030  | 0.0030  | 0.0031  | 0.0030  | 0.0031  | 0.0028  |  |  |  |  |
| 2# | 0.011  | 0.012  | 0.011  | 0.012  | 0.011  | 0.011  | 0.011  |  |  |  |  |
| 3# | 0.051  | 0.051  | 0.050  | 0.051  | 0.051  | 0.051  | 0.052  |  |  |  |  |
| 4# | 0.088  | 0.089  | 0.088  | 0.086  | 0.089  | 0.089  | 0.087  |  |  |  |  |
| 10 | 1# | 0.0015 | 0.0015 | 0.0015 | 0.0015 | 0.0015 | 0.0015 | 0.0016 | 0.0015 | 0.0015 | 0.0015 | 0.0015 |
| 2# | 0.0084 | 0.0091 | 0.009 | 0.0089 | 0.0088 | 0.0091 | 0.0088 | 0.0086 | 0.0083 | 0.0084 | 0.0084 |
| 3# | 0.040  | 0.039  | 0.037  | 0.040  | 0.040  | 0.040  | 0.040  | 0.039  | 0.040  | 0.040  | 0.040  |
| 4# | 0.076 | 0.077  | 0.075  | 0.076  | 0.075  | 0.075  | 0.075  | 0.074  | 0.070  | 0.074  | 0.071  |
| 11 | 1# | 0.0029 | 0.003 | 0.0028 | 0.0027 | 0.0027 | 0.0028 | 0.0029 | 0.0028 | 0.0028 | 0.0027 | 0.0027 |
| 2# | 0.012 | 0.011 | 0.012 | 0.012 | 0.011 | 0.011 | 0.012 | 0.012 | 0.011 | 0.012 | 0.012 |
| 3# | 0.051 | 0.052 | 0.053 | 0.051 | 0.051 | 0.053 | 0.054 | 0.053 | 0.054 | 0.053 | 0.051 |
| 4# | 0.089 | 0.09 | 0.091 | 0.087 | 0.088 | 0.089 | 0.092 | 0.093 | 0.091 | 0.090 | 0.093 |
| 12 | 1# | 0.0021 | 0.0022 | 0.0025 | 0.0027 | 0.0023 | 0.0025 | 0.0023 |  |  |  |  |
| 2# | 0.0096 | 0.0094 | 0.0095 | 0.0099 | 0.0092 | 0.0093 | 0.0098 |  |  |  |  |
| 3# | 0.049 | 0.050  | 0.050  | 0.049  | 0.049  | 0.050  | 0.049 |  |  |  |  |
| 4# | 0.090  | 0.090  | 0.091  | 0.088  | 0.089  | 0.089  | 0.088 |  |  |  |  |
| 13 | 1# | 0.0029 | 0.0032 | 0.0031 | 0.0029 | 0.0030  | 0.0030  | 0.0031 | 0.0030  | 0.0029 | 0.0029 | 0.0030  |
| 2# | 0.010  | 0.010  | 0.010  | 0.010  | 0.010  | 0.010  | 0.010  | 0.011  | 0.010  | 0.010  | 0.010  |
| 3# | 0.052  | 0.049  | 0.050  | 0.050  | 0.050  | 0.049  | 0.051  | 0.049  | 0.050  | 0.049  | 0.050  |
| 4# | 0.088  | 0.088  | 0.085  | 0.086  | 0.085  | 0.086  | 0.088  | 0.088  | 0.085  | 0.087  | 0.088  |

A.1 铬的精密度试验原始数据（续）

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 实验室 | 水平数 | *n* |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
| 14 | 1# | 0.0029 | 0.0028 | 0.0027 | 0.0028 | 0.0027 |  |  |  |  |  |  |
| 2# | 0.010  | 0.010  | 0.010  | 0.010  | 0.010  |  |  |  |  |  |  |
| 3# | 0.051  | 0.051  | 0.052  | 0.053  | 0.053  |  |  |  |  |  |  |
| 4# | 0.085  | 0.088  | 0.089  | 0.086  | 0.086  |  |  |  |  |  |  |
| 15 | 1# | 0.0027 | 0.0027  | 0.0025  | 0.0034  | 0.0030  | 0.0033  | 0.0029  | 0.0030  | 0.0029  | 0.0029  | 0.0030  |
| 2# | 0.010  | 0.010  | 0.009  | 0.010  | 0.010  | 0.010  | 0.010  | 0.010  | 0.010  | 0.010  | 0.010  |
| 3# | 0.053  | 0.048  | 0.048  | 0.048  | 0.049  | 0.051  | 0.047  | 0.048  | 0.049  | 0.047  | 0.048  |
| 4# | 0.080  | 0.080  | 0.080  | 0.081  | 0.081  | 0.080  | 0.080  | 0.080  | 0.082  | 0.083  | 0.085  |

表A.2 磷的精密度试验原始数据

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 实验室 | 水平数 | *n* |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
| 1 | 1# | 1.34  | 1.35  | 1.35  | 1.34  | 1.35  | 1.34  | 1.36  | 1.33  | 1.35  | 1.36  | 1.36  |
| 2# | 0.76  | 0.75  | 0.75  | 0.75  | 0.76  | 0.75  | 0.76  | 0.75  | 0.75  | 0.75  | 0.75  |
| 3# | 0.30  | 0.30  | 0.30  | 0.30  | 0.30  | 0.30  | 0.30  | 0.30  | 0.30  | 0.30  | 0.30  |
| 4# | 0.11  | 0.11  | 0.11  | 0.12  | 0.12  | 0.11  | 0.11  | 0.11  | 0.11  | 0.11  | 0.11  |
| 2 | 1# | 1.44  | 1.35  | 1.36  | 1.37  | 1.34  | 1.34  | 1.35  | 1.34  | 1.22  | 1.32  | 1.32  |
| 2# | 0.79  | 0.79  | 0.79  | 0.79  | 0.75  | 0.75  | 0.74  | 0.75  | 0.75  | 0.76  | 0.77  |
| 3# | 0.29  | 0.31  | 0.30  | 0.30  | 0.30  | 0.30  | 0.31  | 0.30  | 0.30  | 0.30  | 0.30  |
| 4# | 0.12  | 0.12  | 0.11  | 0.12  | 0.12  | 0.12  | 0.12  | 0.11  | 0.11  | 0.11  | 0.12  |
| 3 | 1# | 1.45  | 1.43  | 1.51  | 1.45  | 1.48  | 1.51  | 1.49  | 1.50  | 1.47  |  |  |
| 2# | 0.81  | 0.80  | 0.78  | 0.84  | 0.79  | 0.81  | 0.82  | 0.80  | 0.79  |  |  |
| 3# | 0.31  | 0.30  | 0.32  | 0.31  | 0.30  | 0.31  | 0.33  | 0.30  | 0.31  |  |  |
| 4# | 0.12  | 0.12  | 0.13  | 0.12  | 0.12  | 0.12  | 0.12  | 0.13  | 0.12  | 0.12  |  |
| 4 | 1# | 1.46  | 1.46  | 1.46  | 1.46  | 1.46  | 1.44  | 1.47  | 1.48  | 1.46  | 1.45  | 1.46  |
| 2# | 0.78  | 0.77  | 0.78  | 0.80  | 0.78  | 0.79  | 0.80  | 0.80  | 0.80  | 0.80  | 0.80  |
| 3# | 0.29  | 0.29  | 0.30  | 0.30  | 0.29  | 0.29  | 0.30  | 0.30  | 0.30  | 0.30  | 0.30  |
| 4# | 0.12  | 0.12  | 0.12  | 0.11  | 0.11  | 0.11  | 0.10  | 0.10  | 0.11  | 0.11  | 0.12  |
| 5 | 1# | 1.32  | 1.32  | 1.31  | 1.30  | 1.36  | 1.30  | 1.35  | 1.35  | 1.36  | 1.32  | 1.33  |
| 2# | 0.74  | 0.75  | 0.76  | 0.75  | 0.76  | 0.75  | 0.76  | 0.75  | 0.76  | 0.76  | 0.74  |
| 3# | 0.29  | 0.29  | 0.29  | 0.29  | 0.29  | 0.30  | 0.30  | 0.30  | 0.30  | 0.31  | 0.30  |
| 4# | 0.11  | 0.11  | 0.11  | 0.11  | 0.11  | 0.13  | 0.11  | 0.11  | 0.12  | 0.12  | 0.12  |
| 6 | 1# | 1.36  | 1.38  | 1.36  | 1.38  | 1.37  | 1.38  | 1.39  | 1.35  | 1.36  | 1.37  | 1.38  |
| 2# | 0.79  | 0.79  | 0.78  | 0.79  | 0.77  | 0.76  | 0.79  | 0.76  | 0.77  | 0.79  | 0.79  |
| 3# | 0.33  | 0.33  | 0.31  | 0.32  | 0.32  | 0.32  | 0.33  | 0.33  | 0.32  | 0.31  | 0.32  |
| 4# | 0.10  | 0.10  | 0.11  | 0.10  | 0.10  | 0.10  | 0.10  | 0.10  | 0.10  | 0.10  | 0.11  |
| 7 | 1# | 1.30  | 1.30  | 1.30  | 1.29  | 1.30  | 1.29  | 1.29  | 1.30  | 1.30  | 1.30  | 1.30  |
| 2# | 0.75  | 0.76  | 0.75  | 0.75  | 0.75  | 0.75  | 0.75  | 0.75  | 0.75  | 0.75  | 0.76  |
| 3# | 0.30  | 0.30  | 0.29  | 0.30  | 0.29  | 0.29  | 0.30  | 0.30  | 0.30  | 0.29  | 0.29  |
| 4# | 0.12  | 0.12  | 0.12  | 0.12  | 0.12  | 0.12  | 0.12  | 0.12  | 0.12  | 0.12  | 0.12  |

表A.2 磷的精密度试验原始数据（续）

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 实验室 | 水平数 | *n* |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
| 8 | 1# | 1.37  | 1.36  | 1.37  | 1.37  | 1.36  | 1.37  | 1.36  | 1.36  | 1.36  | 1.37  | 1.36  |
| 2# | 0.75  | 0.76  | 0.75  | 0.75  | 0.75  | 0.75  | 0.74  | 0.74  | 0.76  | 0.75  | 0.76  |
| 3# | 0.30  | 0.30  | 0.30  | 0.30  | 0.30  | 0.30  | 0.30  | 0.30  | 0.30  | 0.30  | 0.30  |
| 4# | 0.12  | 0.12  | 0.11  | 0.12  | 0.12  | 0.12  | 0.11  | 0.12  | 0.12  | 0.12  | 0.12  |
| 9 | 1# | 1.34  | 1.34  | 1.36  | 1.36  | 1.35  | 1.36  | 1.35  |  |  |  |  |
| 2# | 0.75  | 0.74  | 0.76  | 0.76  | 0.77  | 0.76  | 0.75  |  |  |  |  |
| 3# | 0.32  | 0.32  | 0.32  | 0.33  | 0.32  | 0.32  | 0.32  |  |  |  |  |
| 4# | 0.013  | 0.013  | 0.013  | 0.013  | 0.013  | 0.012  | 0.013  |  |  |  |  |
| 10 | 1# | 1.37  | 1.38  | 1.42  | 1.37  | 1.33  | 1.35  | 1.36  | 1.37  | 1.35  | 1.36  | 1.37  |
| 2# | 0.79  | 0.79  | 0.78  | 0.78  | 0.79  | 0.79  | 0.77  | 0.78  | 0.77  | 0.79  | 0.78  |
| 3# | 0.31  | 0.31  | 0.31  | 0.30  | 0.31  | 0.31  | 0.31  | 0.31  | 0.31  | 0.32  | 0.31  |
| 4# | 0.13  | 0.13  | 0.13  | 0.13  | 0.13  | 0.13  | 0.13  | 0.13  | 0.13  | 0.13  | 0.13  |
| 11 | 1# | 1.37  | 1.38  | 1.39  | 1.38  | 1.38  | 1.36  | 1.36  | 1.37  | 1.38  | 1.36  | 1.37  |
| 2# | 0.78  | 0.77  | 0.76  | 0.78  | 0.75  | 0.78  | 0.76  | 0.77  | 0.77  | 0.78  | 0.78  |
| 3# | 0.32  | 0.33  | 0.32  | 0.33  | 0.32  | 0.31  | 0.30  | 0.32  | 0.33  | 0.31  | 0.32  |
| 4# | 0.12  | 0.12  | 0.12  | 0.13  | 0.11  | 0.12  | 0.13  | 0.13  | 0.12  | 0.12  | 0.12  |
| 12 | 1# | 1.40  | 1.39  | 1.38  | 1.38  | 1.39  | 1.36  | 1.38  |  |  |  |  |
| 2# | 0.78  | 0.76  | 0.77  | 0.75  | 0.73  | 0.73  | 0.73  |  |  |  |  |
| 3# | 0.29  | 0.29  | 0.29  | 0.29  | 0.29  | 0.29  | 0.29  |  |  |  |  |
| 4# | 0.11  | 0.11  | 0.11  | 0.11  | 0.11  | 0.11  | 0.11  |  |  |  |  |
| 13 | 1# | 1.37  | 1.37  | 1.36  | 1.34  | 1.35  | 1.37  | 1.35  | 1.35  | 1.37  | 1.37  | 1.37  |
| 2# | 0.75  | 0.75  | 0.75  | 0.76  | 0.74  | 0.74  | 0.75  | 0.74  | 0.75  | 0.75  | 0.76  |
| 3# | 0.29  | 0.30  | 0.29  | 0.29  | 0.28  | 0.29  | 0.29  | 0.30  | 0.29  | 0.29  | 0.29  |
| 4# | 0.11  | 0.11  | 0.11  | 0.10  | 0.11  | 0.11  | 0.11  | 0.11  | 0.11  | 0.11  | 0.11  |
| 14 | 1# | 1.35  | 1.37  | 1.37  | 1.36  | 1.35  | 1.36  | 1.34  | 1.34  | 1.34  | 1.35  | 1.36  |
| 2# | 0.72  | 0.73  | 0.75  | 0.74  | 0.74  | 0.76  | 0.75  | 0.74  | 0.75  | 0.73  | 0.75  |
| 3# | 0.29  | 0.28  | 0.27  | 0.29  | 0.30  | 0.29  | 0.30  | 0.30  | 0.29  | 0.30  | 0.29  |
| 4# | 0.11  | 0.11  | 0.11  | 0.11  | 0.12  | 0.11  | 0.11  | 0.11  | 0.11  | 0.11  | 0.11  |

表A.3 锰的精密度试验原始数据

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 实验室 | 水平数 | *n* |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
| 1 | 1# | 0.066  | 0.065  | 0.067  | 0.065  | 0.066  | 0.066  | 0.068  | 0.068  | 0.066  | 0.067  | 0.066  |
| 2# | 0.19  | 0.20  | 0.20  | 0.20  | 0.20  | 0.20  | 0.20  | 0.20  | 0.20  | 0.20  | 0.20  |
| 3# | 1.00  | 1.02  | 1.02  | 1.02  | 1.02  | 1.01  | 1.01  | 1.02  | 1.03  | 1.03  | 1.04  |
| 4# | 2.81  | 2.79  | 2.79  | 2.81  | 2.85  | 2.82  | 2.80  | 2.81  | 2.84  | 2.80  | 2.81  |
| 2 | 1# | 0.067  | 0.066  | 0.068  | 0.067  | 0.070  | 0.071  | 0.068  | 0.066  | 0.067  | 0.069  | 0.070  |
| 2# | 0.22 | 0.23  | 0.21  | 0.21  | 0.22  | 0.22  | 0.22  | 0.20  | 0.20  | 0.21  | 0.20  |
| 3# | 1.12 | 1.13  | 1.13  | 1.14  | 1.06  | 1.08  | 1.08  | 1.09  | 1.10  | 1.11  | 1.11  |
| 4# | 2.87 | 2.91  | 2.81  | 2.78  | 2.79  | 2.83  | 2.79  | 2.76  | 2.85  | 2.95  | 2.85  |
| 3 | 1# | 0.072  | 0.075  | 0.075  | 0.077  | 0.079  | 0.080  | 0.073  | 0.073  | 0.075  |  |  |
| 2# | 0.24 | 0.22 | 0.23 | 0.22  | 0.24  | 0.23  | 0.22  | 0.24  | 0.22  |  |  |
| 3# | 1.06 | 1.07 | 1.05 | 1.08  | 1.07  | 1.06  | 1.08  | 1.09  | 1.07  |  |  |
| 4# | 2.85 | 2.83 | 2.85 | 2.87  | 2.82  | 2.89  | 2.84  | 2.88  | 2.85  |  |  |
| 4 | 1# | 0.075  | 0.075  | 0.075  | 0.075  | 0.075  | 0.075  | 0.075  | 0.075  | 0.075  | 0.075  | 0.075  |
| 2# | 0.22 | 0.22 | 0.22 | 0.22  | 0.22  | 0.22  | 0.22  | 0.22  | 0.22  | 0.22  | 0.22  |
| 3# | 1.07  | 1.08  | 1.10  | 1.07  | 1.08  | 1.08  | 1.09  | 1.06  | 1.08  | 1.08  | 1.10  |
| 4# | 2.82 | 2.81 | 2.8 | 2.84  | 2.86  | 2.82  | 2.83  | 2.83  | 2.86  | 2.82  | 2.80  |
| 5 | 1# | 0.071  | 0.068  | 0.070  | 0.072  | 0.070  | 0.070  | 0.069  | 0.069  | 0.069  | 0.070  | 0.068  |
| 2# | 0.20  | 0.21  | 0.20  | 0.20  | 0.21  | 0.20  | 0.20  | 0.20  | 0.20  | 0.20  | 0.21  |
| 3# | 1.05  | 1.03  | 1.01  | 1.04  | 1.01  | 1.00  | 1.00  | 1.07  | 1.03  | 1.04  | 1.05  |
| 4# | 2.90  | 2.82  | 2.86  | 2.87  | 2.95  | 2.89  | 2.78  | 2.88  | 2.86  | 2.86  | 2.87  |
| 6 | 1# | 0.062  | 0.065  | 0.063  | 0.063  | 0.062  | 0.062  | 0.064  | 0.066  | 0.063  | 0.064  | 0.062  |
| 2# | 0.19 | 0.18 | 0.19 | 0.18  | 0.18  | 0.19  | 0.19  | 0.18  | 0.18  | 0.19  | 0.19  |
| 3# | 1.08 | 1.08 | 1.07 | 1.07  | 1.08  | 1.05  | 1.06  | 1.06  | 1.07  | 1.06  | 1.07  |
| 4# | 2.88 | 2.89 | 2.85 | 2.86  | 2.85  | 2.86  | 2.87  | 2.87  | 2.87  | 2.88  | 2.87  |
| 7 | 1# | 0.068  | 0.068  | 0.068  | 0.068  | 0.068  | 0.068  | 0.068  | 0.068  | 0.068  | 0.068  | 0.065  |
| 2# | 0.21  | 0.21  | 0.21  | 0.21  | 0.21  | 0.21  | 0.21  | 0.21  | 0.21  | 0.21  | 0.21  |
| 3# | 1.06  | 1.05  | 1.05  | 1.05  | 1.05  | 1.04  | 1.05  | 1.05  | 1.05  | 1.05  | 1.05  |
| 4# | 2.94  | 2.94  | 2.95  | 2.94  | 2.94  | 2.94  | 2.96  | 2.95  | 2.94  | 2.94  | 2.93  |

表A.3 锰的精密度试验原始数据（续）

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 实验室 | 水平数 | *n* |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
| 8 | 1# | 0.071  | 0.071  | 0.072  | 0.072  | 0.071  | 0.072  | 0.072  | 0.072  | 0.072  | 0.071  | 0.072  |
| 2# | 0.22 | 0.22  | 0.22  | 0.21 | 0.22  | 0.22  | 0.22 | 0.22  | 0.22  | 0.22 | 0.22  |
| 3# | 1.11 | 1.11  | 1.11  | 1.11 | 1.11  | 1.11  | 1.11 | 1.10  | 1.12  | 1.11 | 1.12  |
| 4# | 2.78  | 2.80  | 2.81  | 2.81  | 2.81  | 2.81  | 2.80  | 2.80  | 2.79  | 2.80  | 2.81  |
| 9 | 1# | 0.069  | 0.070  | 0.070  | 0.069  | 0.070  | 0.068  | 0.068  |  |  |  |  |
| 2# | 0.22  | 0.21  | 0.22  | 0.20  | 0.21  | 0.21  | 0.21  |  |  |  |  |
| 3# | 1.00  | 1.02  | 1.00  | 1.02  | 1.02  | 1.01  | 1.00  |  |  |  |  |
| 4# | 2.82  | 2.85  | 2.85  | 2.82  | 2.82  | 2.82  | 2.84  |  |  |  |  |
| 10 | 1# | 0.067  | 0.065  | 0.064  | 0.064  | 0.065  | 0.064  | 0.065  | 0.064  | 0.064  | 0.065  | 0.064  |
| 2# | 0.20  | 0.20  | 0.20  | 0.20  | 0.20  | 0.20  | 0.20  | 0.20  | 0.20  | 0.20  | 0.20  |
| 3# | 1.01  | 0.99  | 1.01  | 0.99  | 1.01  | 1.01  | 1.01  | 1.03  | 0.99  | 1.01  | 1.05  |
| 4# | 2.74  | 2.75  | 2.76  | 2.78  | 2.76  | 2.81  | 2.75  | 2.75  | 2.76  | 2.76  | 2.76  |
| 11 | 1# | 0.066 | 0.068 | 0.068 | 0.067 | 0.068  | 0.067  | 0.068  | 0.067  | 0.068  | 0.067  | 0.066  |
| 2# | 0.20  | 0.21  | 0.22  | 0.20  | 0.20  | 0.21  | 0.22  | 0.22  | 0.21  | 0.19  | 0.20  |
| 3# | 1.00  | 1.01  | 1.02  | 1.01  | 1.01  | 1.00  | 1.02  | 1.02  | 1.02  | 1.01  | 1.02  |
| 4# | 2.85 | 2.86 | 2.85 | 2.87 | 2.88  | 2.86  | 2.85  | 2.87  | 2.89  | 2.88  | 2.89  |
| 12 | 1# | 0.066 | 0.066  | 0.069  | 0.067  | 0.069  | 0.069  | 0.069 |  |  |  |  |
| 2# | 0.21 | 0.21  | 0.20  | 0.21  | 0.20  | 0.20  | 0.22  |  |  |  |  |
| 3# | 1.01 | 1.02  | 1.02  | 1.01  | 1.02  | 1.01  | 1.03  |  |  |  |  |
| 4# | 2.82 | 2.80  | 2.83  | 2.82  | 2.76  | 2.88  | 2.82  |  |  |  |  |
| 13 | 1# | 0.068  | 0.066  | 0.067  | 0.066  | 0.067  | 0.066  | 0.067  | 0.067  | 0.067  | 0.067  | 0.066  |
| 2# | 0.21  | 0.21  | 0.21  | 0.19  | 0.21  | 0.21  | 0.21  | 0.21  | 0.21  | 0.21  | 0.20  |
| 3# | 1.04  | 1.06  | 1.06  | 1.02  | 1.06  | 1.06  | 1.02  | 1.06  | 1.04  | 1.04  | 1.02  |
| 4# | 2.79  | 2.80  | 2.78  | 2.79  | 2.80  | 2.81  | 2.79  | 2.79  | 2.80  | 2.79  | 2.81  |
| 14 | 1# | 0.069  | 0.069  | 0.068  | 0.069  | 0.069  | 0.068  | 0.066  | 0.067  | 0.067  | 0.066  | 0.066  |
| 2# | 0.21  | 0.20  | 0.21  | 0.20  | 0.20  | 0.21  | 0.21  | 0.20  | 0.21  | 0.20  |  |
| 3# | 1.03  | 1.04  | 1.03  | 1.04  | 1.02  | 1.03  | 1.01  | 1.04  | 1.00  | 1.04  |  |
| 4# | 2.75  | 2.89  | 2.89  | 2.86  | 2.76  | 2.88  | 2.89  | 2.94  | 2.88  | 2.89  | 2.78  |

表A.3 锰的精密度试验原始数据（续）

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 实验室 | 水平数 | *n* |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
| 15 | 1# | 0.063  | 0.062  | 0.063  | 0.064  | 0.068  | 0.066  | 0.066  | 0.066  | 0.065  | 0.066  | 0.065  |
| 2# | 0.19  | 0.20  | 0.21  | 0.22  | 0.20  | 0.20  | 0.21  | 0.20  | 0.20  | 0.19  | 0.20  |
| 3# | 1.08  | 1.11  | 1.10  | 1.14  | 1.13  | 1.11  | 1.12  | 1.13  | 1.10  | 1.12  | 1.11  |
| 4# | 2.86  | 2.82  | 2.81  | 2.89  | 2.88  | 2.89  | 2.83  | 2.87  | 2.88  | 2.86  | 2.84  |

