|  |  |
| --- | --- |
| 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.3—XXXX

粗氢氧化镍钴化学分析方法

第3部分：氟离子含量的测定

离子选择电极法

Methods for chemical analysis of crude nickel and cobalt hydroxide— Part 3：Determination of fluorine content—

Ion selective electrode method

(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：2022.4.10）

粗氢氧化镍钴化学分析方法

第3部分：氟离子含量的测定

离子选择电极法

Methods for chemical analysis of crude nickel and cobalt hydroxide— Part 3：Determination of fluorine content—

Ion selective electrode method

(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：2022.6.22）

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3部分。YS/T XXXX分为以下7个部分：

——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。

本标准起草单位：北矿检测技术有限公司、广东邦普循环科技有限公司、广东佳纳能源科技有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、铜陵有色集团控股有限公司、中国有色桂林矿产地质研究有限公司、大冶有色设计研究院有限公司、广西壮族自治区分析测试研究中心、华友新能源科技（衢州）有限公司、中国检验认证集团广西有限公司、衢州华友钴新材料有限公司、浙江华友钴业股份有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、湖南长远锂科股份有限公司、通标标准技术服务有限公司、防城港市东途矿产检测有限公司、长沙矿冶研究院有限公司、金川集团股份有限公司、武昌理工学院、湖南邦普循环科技有限公司。

本标准主要起草人：周航、谢英豪、阮桂色、欧彦楠、骆月英、林韶阳、张琦、徐华、肖泽红、韦丽丽、冯焕村、陈玉霞、马琼、唐莉福、熊梅瑜、罗艳、倪敏、陈建文、兰淑惠、孟凡兵、刘娟、鲁兰、黄秋香、向洁、喻生洁、崔海容、黄翰便、杨红玉、刘伟健、程丹丹、蓝丽。

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杂质元素氟含量的测试方法及其精密度。氟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，十分有必要针对氟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氟含量提供了依据，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3部分：氟离子含量的测定

离子选择电极法

* 1. 范围

本文件规定了粗氢氧化镍钴中氟离子含量的测定方法。

本文件适用于粗氢氧化镍钴中氟离子含量的测定。测定范围：0.050%～1.00%。

* 1. 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

* 1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

* 1. 原理

试料以氢氧化钠和过氧化钠熔融分解，用水浸出熔融物后过滤（或静置后移取上层清液），使氟与铁、铜、铅等分离。然后在pH6.5～7.0的柠檬酸钠-硝酸钾-三乙醇胺介质中，以饱和甘汞电极为参比电极，氟离子选择电极为指示电极，用电极电位仪测定试液中氟离子浓度。

* 1. 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂。

水，符合GB/T 6682要求的二级水及以上纯度的水。

氢氧化钠。

过氧化钠。

硝酸（1+4）。

柠檬酸钠-硝酸钾溶液：称取294 g柠檬酸钠(Na3C6H5O7·2H2O)、20 g硝酸钾溶于1000 mL水中，混匀。

三乙醇胺缓冲溶液：100 mL三乙醇胺中加64 mL盐酸，用盐酸（1+1）和氨水（1+1）调至pH6.5~7.0（精密pH试纸5.5~9.0测定），用水稀释至500 mL，混匀。

酚红溶液：称取0.1 g酚红，加6 mL 2g/L NaOH溶液，用水定容至50 mL，混匀。

氟标准贮存溶液：称取2.211 0 g氟化钠（基准试剂，*w*NaF≥98%）预先在120℃干燥2 h，溶于水并稀释至1000 mL容量瓶中，混匀，移入干燥塑料瓶中保存，此溶液1 mL含1 mg氟。或者使用市售有证标准溶液。

氟离子标准溶液：移取10.00 mL氟标准贮存溶液(5.8)于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，移入干燥的塑料瓶中，此溶液1 mL含100 μg氟。

氟离子标准溶液：移取10.00 mL氟离子标准溶液(5.9)于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，移入干燥的塑料瓶中，此溶液1 mL含10 μg氟。

* 1. 仪器设备

氟离子选择电极：要求氟含量在10-6 mol/L～10-1 mol/L内，电极电位与浓度的负对数呈线性关系。电极在使用前应在10-3mol/L的氟化钠溶液中浸泡1 h，使之活化，然后用水洗涤至洗涤液电位值不大于氟离子浓度为10-6 mol/L的电位值后进行测定。

饱和甘汞电极。

电极电位仪：精度0.1 mV。

电磁搅拌器。

* 1. 样品

按YS/T 1460—2021的7.4要求取样与制样。

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。

* 1. 试验步骤
		1. 试料

称取0.50 g（*m*0）样品（7），精确至0.0001 g。

* + 1. 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

* + 1. 空白试验

随同试料做空白试验。

* + 1. 测定

8.4.1 将试料（8.1）置于30 mL镍坩埚中，加入2 g氢氧化钠（5.2），混匀，于电炉板上低温加热至流动，取下，稍冷后加入2 g过氧化钠（5.3），于电炉板上逐渐升温加热至过氧化钠显棕色，再将其置于650 ℃马弗炉中熔融10 min，至样品熔融完全，取出，冷却。

8.4.2 将坩埚及熔融物置于250 mL烧杯中，盖上表皿，加入约50 mL的温水浸取熔融物。并于电炉板上低温加热浸取熔融物至完全。用水洗净表皿、坩埚及玻璃棒后冷却至室温。

8.4.3 将溶液连同沉淀一起移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，记为*V*0，干过滤（或静置，移取上层清液）。

8.4.4 移取10.00 mL滤液（8.4.3），记为*V*1，置于50 mL容量瓶中，加入15 mL柠檬酸钠--硝酸钾溶液（5.5），混匀，加入1滴酚红溶液（5.7），用硝酸（5.4）调至溶液刚变黄色。加入5 mL三乙醇胺缓冲溶液（5.6），用水稀释至刻度，混匀，记为*V*2。

注：若溶液有颜色，酚红的颜色突变不明显，可用pH计调节至pH6.5～7.0。

8.4.5 将（8.4.4）倒入干燥的预先放入搅拌子的100 mL烧杯中，插入氟离子选择电极和饱和甘汞电极，在电磁搅拌下，于电极电位仪上测量平衡电位值。

注：平衡电位系指搅拌状态下，电极电位每分钟的变化不大于0.2mV。

* + 1. 工作曲线绘制

8.5.1 移取2.00 mL，4.00 mL氟标准溶液（5.10）和1.00 mL，3.00 mL，5.00 mL氟标准溶液（5.9），分别置于50 mL容量瓶中，各加入10.00 mL试料空白溶液（8.3）。以下按8.4.4~8.4.5操作。

8.5.2 按氟离子浓度由低到高的顺序与试液同时进行测定。在半对数坐标纸上，以氟离子浓度的对数为

横坐标，电位值为纵坐标绘制工作曲线。

* 1. 试验数据处理

氟离子含量以氟的质量分数*w*F计，按公式（1）计算：

%……………………………（1）

式中：

*c*——自工作曲线上查得的氟离子浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*V*0——试液的总体积，单位为毫升（mL）；

*V*2——测量时试液体积，单位为毫升（mL）；

*m*0 ——试料的质量，单位为克（g）；

*V*1——分取试液体积，单位为毫升（mL）。

当测定计算结果≥0.10%时表示到小数点后两位，当0.010%≤计算结果＜0.10%时表示到小数点后三位，按GB/T 8170的规定进行修约。

* 1. 精密度
		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1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1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。

1. 重复性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*F/% | 0.065  | 0.10 | 0.52  | 0.95  |
| *r*/% | 0.007 | 0.01  | 0.04  | 0.07  |

* + 1. 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2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2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。

1. 再现性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*F/% | 0.065 | 0.10  | 0.52 | 0.95 |
| *r*/% | 0.011 | 0.02 | 0.07  | 0.09  |

* 1. 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。

（资料性）
精密度试验原始数据

精密度数据是在2021年由20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7~11次。测定的原始数据见表A.1。

* 1. 精密度试验原始数据

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 实验室 | 水平数 | 测定次数 |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
| 1 | 1# | 0.0702  | 0.0691  | 0.0634  | 0.0644  | 0.0673  | 0.0699  | 0.0656  | 0.0638  | 0.0697  | 0.0653  | 0.0696  |
| 2# | 0.107  | 0.100  | 0.105  | 0.109  | 0.103  | 0.108  | 0.112  | 0.110  | 0.105  | 0.100  | 0.105  |
| 3# | 0.509  | 0.539  | 0.548  | 0.519  | 0.548  | 0.527  | 0.549  | 0.539  | 0.515  | 0.556  | 0.547  |
| 4# | 0.973  | 0.953  | 0.942  | 0.968  | 0.971  | 0.982  | 0.977  | 0.951  | 0.975  | 0.942  | 0.944  |
| 2 | 1# | 0.0635 | 0.0628 | 0.0601 | 0.0569 | 0.0584 | 0.0596 | 0.0643 | 0.0609 | 0.0556 | 0.0612 | 0.0583 |
| 2# | 0.093 | 0.102 | 0.097 | 0.101 | 0.099 | 0.096 | 0.094 | 0.090 | 0.102 | 0.098 | 0.091 |
| 3# | 0.506 | 0.492 | 0.498 | 0.525 | 0.513 | 0.494 | 0.502 | 0.533 | 0.522 | 0.509 | 0.516 |
| 4# | 0.905 | 0.916 | 0.899 | 0.897 | 0.944 | 0.937 | 0.919 | 0.908 | 0.893 | 0.902 | 0.885 |
| 3 | 1# | 0.0669  | 0.0668  | 0.0645  | 0.0629  | 0.0654  | 0.0613  | 0.0635  | 0.0647  | 0.0617  | 0.0628  | 0.0673  |
| 2# | 0.104  | 0.106  | 0.104  | 0.101  | 0.112  | 0.101  | 0.107  | 0.103  | 0.109  | 0.105  | 0.108  |
| 3# | 0.493  | 0.513  | 0.507  | 0.506  | 0.518  | 0.498  | 0.523  | 0.521  | 0.487  | 0.507  | 0.513  |
| 4# | 0.952  | 0.946  | 0.939  | 0.947  | 0.950  | 0.927  | 0.931  | 0.922  | 0.908  | 0.943  | 0.915  |
| 4 | 1# | 0.0620 | 0.0650 | 0.0560 | 0.0655 | 0.0613 | 0.0595 | 0.0656 | 0.0663 | 0.0632 | 0.0627 | 0.0657 |
| 2# | 0.112 | 0.105 | 0.106 | 0.109 | 0.111 | 0.100 | 0.106 | 0.108 | 0.106 | 0.104 | 0.106 |
| 3# | 0.521 | 0.513 | 0.532 | 0.529 | 0.537 | 0.542 | 0.534 | 0.512 | 0.529 | 0.526 | 0.534 |
| 4# | 0.939 | 0.945 | 0.946 | 0.938 | 0.956 | 0.936 | 0.975 | 0.941 | 0.961 | 0.974 | 0.968 |
| 5 | 1# | 0.0727  | 0.0677  | 0.0737  | 0.0635  | 0.0681  | 0.0704  | 0.0651  | 0.0625  | 0.0653  | 0.0698  | 0.0667  |
| 2# | 0.114 | 0.103 | 0.1109 | 0.0998 | 0.109 | 0.1008 | 0.111 | 0.105 | 0.112 | 0.106 | 0.113 |
| 3# | 0.519  | 0.548  | 0.531  | 0.487  | 0.514  | 0.526  | 0.555  | 0.516  | 0.550  | 0.552  | 0.540  |
| 4# | 0.994  | 0.989  | 0.976  | 1.011  | 0.988  | 0.924  | 0.945  | 0.932  | 0.927  | 1.020  | 1.010  |
| 6 | 1# | 0.0686 | 0.0693 | 0.0658 | 0.0659 | 0.0674 | 0.0641 | 0.0657 | 0.0661 | 0.0638 | 0.0657 | 0.0681 |
| 2# | 0.103 | 0.0990 | 0.0970 | 0.106 | 0.104 | 0.107 | 0.101 | 0.103 | 0.107 | 0.106 | 0.102 |
| 3# | 0.520 | 0.536 | 0.508 | 0.527 | 0.523 | 0.548 | 0.529 | 0.550 | 0.517 | 0.541 | 0.532 |
| 4# | 0.948 | 0.965 | 0.976 | 0.944 | 0.959 | 0.961 | 0.978 | 0.951 | 0.943 | 0.981 | 0.957 |
| 7 | 1# | 0.0705 | 0.0641 | 0.0634 | 0.0698 | 0.0709 | 0.0694 | 0.0675 | 0.0697 | 0.0627 | 0.071 | 0.0674 |
| 2# | 0.0982 | 0.106 | 0.101 | 0.107 | 0.106 | 0.107 | 0.108 | 0.104 | 0.107 | 0.102 | 0.0965 |
| 3# | 0.536 | 0.508 | 0.518 | 0.53 | 0.532 | 0.531 | 0.541 | 0.499 | 0.508 | 0.524 | 0.501 |
| 4# | 0.951 | 0.920 | 0.930 | 0.953 | 0.934 | 0.946 | 0.903 | 0.912 | 0.985 | 0.947 | 0.902 |
| 8 | 1# | 0.0637 | 0.0699 | 0.0707 | 0.0649 | 0.0651 | 0.0645 | 0.0621 | 0.0655 | 0.0669 | 0.0675 | 0.0683 |
| 2# | 0.0997 | 0.101 | 0.106 | 0.101 | 0.108 | 0.0962 | 0.101 | 0.110 | 0.102 | 0.112 | 0.105 |
| 3# | 0.518 | 0.563 | 0.529 | 0.555 | 0.563 | 0.543 | 0.538 | 0.524 | 0.505 | 0.558 | 0.561 |
| 4# | 1.01 | 1.02 | 0.940 | 0.975 | 0.938 | 0.965 | 0.957 | 1.01 | 0.984 | 0.990 | 0.983 |
| 9 | 1# | 0.063 | 0.064 | 0.065 | 0.064 | 0.061 | 0.061 | 0.066 | 0.066 | 0.065 | 0.066 | 0.066 |
| 2# | 0.096 | 0.101 | 0.101 | 0.103 | 0.102 | 0.101 | 0.096 | 0.098 | 0.099 | 0.097 | 0.096 |
| 3# | 0.528 | 0.537 | 0.524 | 0.520 | 0.519 | 0.528 | 0.515 | 0.528 | 0.548 | 0.519 | 0.515 |
| 4# | 0.969 | 0.987 | 0.960 | 0.944 | 0.961 | 1.001 | 0.951 | 0.935 | 0.954 | 0.940 | 0.952 |
| 10 | 1# | 0.0637 | 0.0617 | 0.0638 | 0.0631 | 0.0644 | 0.0677 | 0.0644 | 0.0708 | 0.0656 | 0.0673 | 0.0648 |
| 2# | 0.105 | 0.102 | 0.104 | 0.100 | 0.103 | 0.098 | 0.099 | 0.100 | 0.098 | 0.099 | 0.097 |
| 3# | 0.501 | 0.500 | 0.507 | 0.490 | 0.485 | 0.496 | 0.489 | 0.494 | 0.491 | 0.472 | 0.479 |
| 4# | 0.909 | 0.904 | 0.886 | 0.969 | 0.998 | 0.996 | 0.963 | 0.967 | 0.941 | 0.967 | 0.953 |

表A.1 精密度试验原始数据（续）

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 实验室 | 水平数 | 测定次数 |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
| 11 | 1# | 0.0623 | 0.0642 | 0.0655 | 0.0632 | 0.0627 | 0.0672 | 0.0627 | 0.0626 | 0.0632 | 0.0635 | 0.0655 |
| 2# | 0.0960  | 0.0936  | 0.1011  | 0.1018  | 0.1019  | 0.1013  | 0.0981  | 0.0977  | 0.1061  | 0.0986  | 0.0956  |
| 3# | 0.469  | 0.475  | 0.477  | 0.467  | 0.485  | 0.482  | 0.511  | 0.494  | 0.481  | 0.478  | 0.471  |
| 4# | 0.935  | 0.945  | 0.874  | 0.895  | 0.913  | 0.982  | 0.945  | 0.950  | 0.896  | 0.884  | 0.904  |
| 12 | 1# | 0.0684 | 0.0585 | 0.061 | 0.0553 | 0.0576 | 0.0601 | 0.0558 | 0.0584 | 0.0584 | 0.0608 | 0.0584 |
| 2# | 0.0908 | 0.0951 | 0.0979 | 0.0921 | 0.0989 | 0.0877 | 0.0909 | 0.0951 | 0.0944 | 0.0945 | 0.0953 |
| 3# | 0.528 | 0.525 | 0.508 | 0.524 | 0.527 | 0.530 | 0.530 | 0.529 | 0.547 | 0.527 | 0.520 |
| 4# | 1.030 | 0.980 | 1.028 | 0.940 | 1.018 | 1.030 | 1.066 | 1.026 | 0.982 | 1.011 | 0.984 |
| 13 | 1# | 0.0624 | 0.0672 | 0.0692 | 0.0667 | 0.0619 | 0.0664 | 0.0621 | 0.0636 | 0.0693 | 0.0633 | 0.0647 |
| 2# | 0.0991 | 0.102 | 0.0994 | 0.101 | 0.105 | 0.101 | 0.102 | 0.103 | 0.105 | 0.106 | 0.102 |
| 3# | 0.494 | 0.504 | 0.535 | 0.519 | 0.522 | 0.509 | 0.512 | 0.528 | 0.495 | 0.504 | 0.501 |
| 4# | 0.935 | 0.928 | 0.944 | 0.963 | 0.92 | 0.968 | 0.933 | 0.946 | 0.953 | 0.948 | 0.932 |
| 14 | 1# | 0.0655 | 0.0673 | 0.0647 | 0.0684 | 0.0628 | 0.0694 | 0.0669 | 0.0648 | 0.0654 | 0.0633 | 0.0687 |
| 2# | 0.111 | 0.107 | 0.104 | 0.113 | 0.107 | 0.103 | 0.112 | 0.105 | 0.107 | 0.113 | 0.109 |
| 3# | 0.544 | 0.567 | 0.572 | 0.519 | 0.523 | 0.507 | 0.571 | 0.546 | 0.538 | 0.526 | 0.518 |
| 4# | 0.981 | 0.987 | 0.963 | 0.946 | 0.951 | 0.943 | 0.936 | 0.984 | 0.992 | 0.948 | 0.941 |
| 15 | 1# | 0.0685  | 0.0646  | 0.0676  | 0.0676  | 0.0679  | 0.0652  | 0.0643  | 0.0671  | 0.0623  | 0.0636  | 0.0661  |
| 2# | 0.0952  | 0.0963  | 0.0942  | 0.0935  | 0.0968  | 0.0936  | 0.0969  | 0.0969  | 0.0951  | 0.0936  | 0.0974  |
| 3# | 0.453\*  | 0.453\*  | 0.428\*  | 0.427\*  | 0.440\*  | 0.421\*  | 0.444\*  | 0.471\*  | 0.456\*  | 0.444\*  | 0.471\*  |
| 4# | 0.804\*  | 0.830\*  | 0.813\*  | 0.813\*  | 0.878\* | 0.821\*  | 0.834\*  | 0.841\*  | 0.846\*  | 0.835\*  | 0.826\*  |
| 16 | 1# | 0.0655  | 0.0642  | 0.0674  | 0.0644  | 0.0666  | 0.0669  | 0.0645  | 0.0676  | 0.0646  | 0.0635  | 0.0634  |
| 2# | 0.102  | 0.104  | 0.101  | 0.101  | 0.099  | 0.099  | 0.098  | 0.107  | 0.104  | 0.104 | 0.103 |
| 3# | 0.539  | 0.556  | 0.548  | 0.552  | 0.518  | 0.562  | 0.535  | 0.535  | 0.533  | 0.532 | 0.531 |
| 4# | 0.954 | 0.942  | 0.966  | 0.976 | 0.979 | 0.974  | 0.975 | 0.939 | 0.998  | 0.990 | 0.947 |
| 17 | 1# | 0.0671 | 0.0679 | 0.0666 | 0.0678 | 0.0675 | 0.0669 | 0.0671 | 0.0669 | 0.0669 | 0.0670 | 0.0667 |
| 2# | 0.100 | 0.101 | 0.102 | 0.100 | 0.104 | 0.100 | 0.103 | 0.101 | 0.104 | 0.100 | 0.100 |
| 3# | 0.489 | 0.493 | 0.495 | 0.496 | 0.499 | 0.498 | 0.497 | 0.493 | 0.498 | 0.497 | 0.494 |
| 4# | 0.945 | 0.950 | 0.947 | 0.943 | 0.949 | 0.948 | 0.945 | 0.947 | 0.946 | 0.949 | 0.950 |
| 18 | 1# | 0.0646 | 0.0626 | 0.0630 | 0.0685 | 0.0697 | 0.0635 | 0.0651 | 0.0634 | 0.0627 | 0.0674 | 0.0629 |
| 2# | 0.1005 | 0.1010 | 0.1032 | 0.0979 | 0.1021 | 0.1012 | 0.0991 | 0.0961 | 0.0971 | 0.1002 | 0.0995 |
| 3# | 0.513 | 0.478 | 0.473 | 0.507 | 0.489 | 0.475 | 0.468 | 0.475 | 0.474 | 0.474 | 0.475 |
| 4# | 0.918 | 0.940 | 0.924 | 0.917 | 0.919 | 0.926 | 0.922 | 0.927 | 0.921 | 0.922 | 0.913 |
| 19 | 1# | 0.0691 | 0.0699 | 0.0721 | 0.0688 | 0.0731 | 0.0723 | 0.0729 |  |  |  |  |
| 2# | 0.1024 | 0.1015 | 0.1047 | 0.1073 | 0.1071 | 0.1100 | 0.1056 |  |  |  |  |
| 3# | 0.4873 | 0.5046 | 0.5194 | 0.513 | 0.4715 | 0.4886 | 0.5135 |  |  |  |  |
| 4# | 0.8509\* | 0.9004\* | 0.7745\* | 0.9052\* | 0.9068\* | 0.8549\* | 1.0114\* |  |  |  |  |
| 20 | 1# | 0.0719 | 0.0733 | 0.0682 | 0.0707 | 0.0750 | 0.0724 | 0.0763 |  |  |  |  |
| 2# | 0.111 | 0.116 | 0.104 | 0.110 | 0.115 | 0.107 | 0.101 |  |  |  |  |
| 3# | 0.559 | 0.568 | 0.542 | 0.551 | 0.537 | 0.550 | 0.576 |  |  |  |  |
| 4# | 0.960 | 0.944 | 0.966 | 0.948 | 0.951 | 0.935 | 0.942 |  |  |  |  |
| 注1：标“\*”为异常值。注2：表中为各实验室提供的原始数据，未进行数值修约。 |

