

 发布

国家市场监督管理总局

中国国家标准化管理委员会

××××-××-××实施

××××-××-××发布

**贵金属合金电镀废水化学分析方法**

**第2部分：锌、锰、铬、镉、铅、铁、铝、镍、铜、铍含量的测定**

**电感耦合等离子体原子发射光谱法**

Methods for chemical analysis of precious metals alloys electroplating wastewater—

Part 2：Determination of Zn、Mn、Cr、Cd、Pb、

Fe、Al、Ni、Cu、Be contents—

Inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry

**(讨论稿)**

GB/T ××××—××××

中华人民共和国国家标准

ICS 13.060.99

CCS Z 23

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 ××××《贵金属合金电镀废水化学分析方法》的第4部分：

——第1部分：金、银、铂、钯、铱含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第2部分：锌、锰、铬、镉、铅、铁、铝、镍、铜、铍含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第3部分：硫酸盐含量的测定 硫酸钡重量法；

——第4部分：氯离子含量的测定 氯化银浊度法。

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：山东辰远检测服务有限公司、山东梦金园珠宝首饰有限公司….

本部分主要起草人：XXX、XXX、XXX。

**贵金属合金电镀废水化学分析方法**

**第2部分：锌、锰、铬、镉、铅、铁、铝、镍、铜、铍含量的测定**

**电感耦合等离子体光谱法**

**警示——使用本文件的人员应当有正规实验室工作的实践经验。本文件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

 本文件规定了以黄金电镀以及首饰加工产生的废水（如镀件漂洗水、废槽液、设备冷却水和冲洗首饰、地面水等混合水的贵金属废水）中锌、锰、铬、镉、铅、铁、铝、镍、铜、铍的质量浓度的测定方法。

本文件适用于以黄金电镀以及首饰加工产生的废水（如镀件漂洗水、废槽液、设备冷却水和冲洗首饰、地面水等混合水的贵金属废水）中、锌、锰、铬、镉、铅、铁、铝、镍、铜、铍的质量浓度的测定方法。

各元素测定范围见表 1 。

表 1 各元素测定范围

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 测定范围mg/mL | 元素 | 测定范围mg/mL |
| Al | 0.0001~0.1000 | Fe | 0.0001~0.1000 |
| Be | 0.0001~0.1000 | Mn | 0.0001~0.1000 |
| Cd | 0.0001~0.1000 | Ni | 0.0001~0.1000 |
| Cr | 0.0001~0.1000 | Pb | 0.0001~0.1000 |
| Cu | 0.0001~0.1000 | Zn | 0.0001~0.1000 |

2 规范性引用文件

本文件没有规范性引用文件。

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

准确移取适量电镀废水，经高氯酸分解有机物后，用新配制的1+1王水溶解，在盐酸、硝酸介质中，用电感耦合等离子体光谱法测定贵金属合金电镀废水中、锌、锰、铬、镉、砷、铅、汞、铁、铝、镍、铜、铍量的质量浓度。

5 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和实验室二级水。

5.1高氯酸。

5.2 硝酸：质量分数为68%～70%，ρ=1.43g/mL。

5.3 盐酸：质量分数为36%～38%，ρ=1.19g/mL。

5.4 过氧化氢：质量分数为30%，ρ=1.11g/mL。

5.5 硝酸（1+2）：1体积硝酸（5.2）和2体积水混匀，用时现配。

5.6 盐酸（1+1）：1体积盐酸（5.3）和1体积水混匀，用时现配。

5.7 混合酸1：1体积硝酸（5.2）和3体积盐酸（5.3）混匀，用时现配。

5.8 混合酸2：1体积混合酸1（5.7）和1体积水混匀，用时现配。

5.9 锌标准贮存溶液：称取1.0000g金属锌（ωZn≥99.99%）于150mL烧杯中，加入50mL硝酸（5.5），盖上表面皿，加热溶解，冷却，移入1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液1mL含1mg锌。

5.10 锰标准贮存溶液：称取1.0000g金属锰（ωMn≥99.99%）于150mL烧杯中，加入60mL硝酸（5.5），盖上表面皿，加热溶解，冷却，移入1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液1mL含1mg锰。

5.11 铬标准贮存溶液：将铬酸钾（ωK2CrO4≥99.99%）预先在600℃烧灼1h，置于干燥器中冷至室温。称取3.7349g铬酸钾，置于150mL烧杯中，加入50mL水溶解，加入4mL过氧化氢（5.4）还原铬，盖上表面皿，加热煮沸，冷却，移入1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg铬。

5.12 镉锌标准贮存溶液：称取1.0000g金属镉（ωCd≥99.99%）于100mL烧杯中，加入50mL硝酸（5.2），盖上表面皿，加热溶解，冷却，移入1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液1mL含1mg镉。

5.13 铅标准贮存溶液：称取1.0000g金属铅（ωPb≥99.99%）于150mL烧杯中，加入50mL硝酸（5.5），盖上表面皿，加热溶解，冷却，移入1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液1mL含1mg铅。

5.14 铁标准贮存溶液：称取1.0000g金属铁（ωFe≥99.99%）于150mL烧杯中，加入50mL硝酸（5.5），盖上表面皿，加热溶解，冷却，移入1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液1mL含1mg铁。

5.15 铝标准贮存溶液：称取0.1000g铝（ωAl≥99.99%）于100mL烧杯中，加入20mL盐酸（5.5），低温加热溶解，冷却至室温，用盐酸100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液1mL含1mg铝。

5.16 镍标准贮存溶液：称取1.0000g金属镍（ωNi≥99.99%）于150mL烧杯中，加入50mL硝酸（5.5），盖上表面皿/加热溶解，冷却，移入1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液1mL含1mg镍。

5.17 标准贮存溶液：称取1.0000g金属铜（ωCu≥99.99%）于150mL烧杯中，加入10mL硝酸（5.5），盖上表面皿，低温溶解，继续加热去除氮的氧化物，取下冷却，移入1000mL容量瓶中，补加100mL硝酸（5.5），用水稀释至刻度，混匀，此溶液1mL含1mg铜。

5.18 铍标准贮存溶液称取1.0000g金属铍（ωBe≥99.95%）于150mL烧杯中，加入50mL盐酸（1+1），低温加热至溶解完全，冷却，移入1000mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，此溶液1mL含1mg铍。

5.19 混合标准溶液1:10μg/mL ：分别移取5.9-5.18标准溶液1mL，以水定容到100mL。

5.20 氩气（体积分数≥99.999%）

6 仪器设备

6.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪（ICP光谱仪）：

——具有固定或扫描通道，相关元素的光学分辨率为0.02nm检测限不低于0.05mg/L，具有背景校正功能。仪器在的最佳工作条件下，用1.0μg/mL的铜标准溶液测量11次，其光强度的相对标准偏差不超过2.5%。

贵金属合金电镀废液中测试元素及推荐分析谱线波长见表2。

表 2 贵金属合金电镀废液中测试元素及推荐分析谱线波长

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 波长nm | 元素 | 波长nm |
| Al | 309.271 | Fe | 259.937 |
| Be | 313.041 | Mn | 257.606 |
| Cd | 226.502 | Ni | 231.605 |
| Cr | 283.565 | Pb | 220.352 |
| Cu | 327.393 | Zn | 213.855 |

7 样品

样品储存于塑料瓶中备用。

8 试验步骤

警示——试料处理过程中使用高温设备，谨防烫伤，注意安全。

8.1 试料

用移液枪（6.4）按表3所示分档准确移取试料，精确到0.005mL。

表 3 试料表

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 浓度范围mg/mL | 取样体积mL | 总稀释倍数 |
| Al | 0.0001~0.0050 | 100 | 1 |
| Be |
| Cd |
| Cr |
| Cu |
| Fe |
| Mn |
| Ni |
| Pb |
| Zn |

表 3试料表（续）

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 浓度范围mg/mL | 取样体积mL | 总稀释倍数 |
| Al | 0.0050~0.0500 | 10 | 10 |
| Be |
| Cd |
| Cr |
| Cu |
| Fe |
| Mn |
| Ni |
| Pb |
| Zn |
| Al | 0.0500~0.1000 | 5 | 20 |
| Be |
| Cd |
| Cr |
| Cu |
| Fe |
| Mn |
| Ni |
| Pb |
| Zn |

8.2 平行实验

平行做两份试验。

8.3 空白实验

随同试料做空白试验。

8.4 标准曲线

8.4.1 从5.18溶液中用移液枪分别移取0mL、0.4mL、1mL、5mL、10mL、50mL依次加入到6个100mL容量瓶中，以水定容，摇匀。对应浓度分别为0.0μg/mL、0.04μg/mL、0.1μg/mL、0.5μg/mL、1μg/mL、5μg/mL。

8.4.2于电感耦合等离子体发射光谱仪上，在仪器运行稳定后，在选定的仪器工作条件下进行测定。以被测元素的强度为纵坐标，以被测元素的质量浓度为横坐标，绘制标准工作曲线。

8.5测定

8.5.1 按表3所示移取样品，加入5mL高氯酸（5.2），蒸至冒高氯酸烟，待高氯酸冒烟彻底冒干净后，取下稍冷，加入20mL水，加入10mL混合酸2（5.9），加热溶解样品，至盐类完全溶解，取下以水定容。

8.5.2 使用于电感耦合等离子体发射光谱仪上，在仪器运行稳定后，在选定的仪器工作条件下进行测定。

8.5.3 两次测试之间的冲洗时间应足够长，以保证每个元素的信号回到基线；测试时应保证每个溶液的稳定时间30s，积分时间5s，积分次数5次，计算净强度（背景校正）

8.5.4 当试样中某元素的含量大于5.5μg/mL时，建议当稀释一定倍数再次进行ICP光谱法进行检测。

9 实验数据处理

按式（1）计算被测元素的质量浓度$C\_{i}$，数值以mg/mL表示：

$ C\_{i}=\frac{C\*V\_{1}}{1000\*V\_{0}}$… … … … … … … … … … … … … … … …（1）

式中：

$C\_{i}$——元素i的浓度或元素i的检出限，单位为毫克每升mg/L；

$V\_{1}$——样品定容体积，单位为毫升mL；

$V\_{0}$——样品取样体积，单位为毫升mL；

计算结果保留至小数点后四位。

10精密度

10.1重复性

精密度数据是在2019年10月至2020年10月由3家实验室对各元素含量的3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各元素含量在重复性条件下独立测定7次。测量的原始数据见表A.1。在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表3给出的平均值范围内，这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数据采用内插法或外延法求得。

表 4 重复性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 浓度mg/mL | 重复性限(r)% | 元素 | 浓度 | 重复性限(r)% |
|
| Al | 0.00010 | 0.00001 | Fe | 0.00010 | 0.00001 |
| 0.00100 | 0.00003 | 0.00100 | 0.00003 |
| 0.01000 | 0.00005 | 0.01000 | 0.00005 |
| Be | 0.00010 | 0.00001 | Mn | 0.00010 | 0.00001 |
| 0.00100 | 0.00003 | 0.00100 | 0.00003 |
| 0.01000 | 0.00005 | 0.01000 | 0.00005 |
| Cd | 0.00010 | 0.00001 | Ni | 0.00010 | 0.00001 |
| 0.00100 | 0.00003 | 0.00100 | 0.00003 |
| 0.01000 | 0.00005 | 0.01000 | 0.00005 |
| Cr | 0.00010 | 0.00001 | Pb | 0.00010 | 0.00001 |
| 0.00100 | 0.00003 | 0.00100 | 0.00003 |
| 0.01000 | 0.00005 | 0.01000 | 0.00005 |
| Cu | 0.00010 | 0.00001 | Zn | 0.00010 | 0.00001 |
| 0.00100 | 0.00003 | 0.00100 | 0.00003 |
| 0.01000 | 0.00005 | 0.01000 | 0.00005 |

10.2再现性

精密度数据是在2019年10月至2020年10月由3家实验室对各元素含量的3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各元素含量在重复性条件下独立测定7次。测量的原始数据见表A.1。在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对值不大于再现性限（R），超过再现性限（R）的情况不超过5％，再现性限（R）按表5数据采用内插法或外延法求得。

表5 再现性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 浓度mg/mL | 重复性限(R)% | 元素 | 浓度 | 重复性限(R)% |
|
| Al | 0.00010 | 0.00001 | Fe | 0.00010 | 0.00001 |
| 0.00100 | 0.00003 | 0.00100 | 0.00003 |
| 0.01000 | 0.00005 | 0.01000 | 0.00005 |
| Be | 0.00010 | 0.00001 | Mn | 0.00010 | 0.00001 |
| 0.00100 | 0.00003 | 0.00100 | 0.00003 |
| 0.01000 | 0.00005 | 0.01000 | 0.00005 |
| Cd | 0.00010 | 0.00001 | Ni | 0.00010 | 0.00001 |
| 0.00100 | 0.00003 | 0.00100 | 0.00003 |
| 0.01000 | 0.00005 | 0.01000 | 0.00005 |
| Cr | 0.00010 | 0.00001 | Pb | 0.00010 | 0.00001 |
| 0.00100 | 0.00003 | 0.00100 | 0.00003 |
| 0.01000 | 0.00005 | 0.01000 | 0.00005 |
| Cu | 0.00010 | 0.00001 | Zn | 0.00010 | 0.00001 |
| 0.00100 | 0.00003 | 0.00100 | 0.00003 |
| 0.01000 | 0.00005 | 0.01000 | 0.00005 |

11 试验报告

 本章规定试验报告所包括的内容。至少应给出以下几个方面的内容：

——试验对象；

——使用的文件（GB/T ××××. ×-202×）；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——测定中观察到的异常现象；

——试验日期。

附 录A

（资料性）

精密度数据是由3家实验室对不同贵金属合金电镀废液中所测元素含量的3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所测元素含量在重复性条件下独立测定7次。测定的原始数据见表A.1。

表A.1 精密度试验原始数据

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 水平数 | 实验室 | n |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Al  | 1 | 1 | 0.00014 | 0.00011 | 0.00014 | 0.00012 | 0.00010 | 0.00011 | 0.00012 |
| 2 | 0.00011 | 0.00010 | 0.00012 | 0.00013 | 0.00012 | 0.00014 | 0.00012 |
| 3 | 0.00010 | 0.00014 | 0.00014 | 0.00011 | 0.00014 | 0.00011 | 0.00012 |
| 2 | 1 | 0.00098 | 0.00103 | 0.00103 | 0.00102 | 0.00103 | 0.00097 | 0.00104 |
| 2 | 0.00098 | 0.00099 | 0.00097 | 0.00101 | 0.00098 | 0.00103 | 0.00104 |
| 3 | 0.00096 | 0.00097 | 0.00103 | 0.00103 | 0.00098 | 0.00097 | 0.00096 |
| 3 | 1 | 0.01041 | 0.01063 | 0.01039 | 0.01003 | 0.01043 | 0.01084 | 0.01019 |
| 2 | 0.01007 | 0.01009 | 0.01090 | 0.01039 | 0.01004 | 0.01039 | 0.01035 |
| 3 | 0.01071 | 0.01042 | 0.01050 | 0.01093 | 0.01081 | 0.01018 | 0.01001 |
| 元素 | 水平数 | 实验室 | n |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Be  | 1 | 1 | 0.00011 | 0.00012 | 0.00011 | 0.00012 | 0.00013 | 0.00013 | 0.00010 |
| 2 | 0.00013 | 0.00013 | 0.00013 | 0.00013 | 0.00014 | 0.00011 | 0.00011 |
| 3 | 0.00010 | 0.00013 | 0.00010 | 0.00011 | 0.00012 | 0.00012 | 0.00013 |
| 2 | 1 | 0.00097 | 0.00103 | 0.00104 | 0.00100 | 0.00103 | 0.00096 | 0.00096 |
| 2 | 0.00097 | 0.00098 | 0.00105 | 0.00104 | 0.00096 | 0.00097 | 0.00100 |
| 3 | 0.00103 | 0.00101 | 0.00098 | 0.00101 | 0.00098 | 0.00099 | 0.00103 |
| 3 | 1 | 0.01058 | 0.01063 | 0.01001 | 0.01012 | 0.01031 | 0.01090 | 0.01048 |
| 2 | 0.01036 | 0.01014 | 0.01060 | 0.01054 | 0.01064 | 0.01039 | 0.01098 |
| 3 | 0.01027 | 0.01066 | 0.01042 | 0.01092 | 0.01098 | 0.01073 | 0.01082 |
| 元素 | 水平数 | 实验室 | n |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Cd  | 1 | 1 | 0.00010 | 0.00010 | 0.00013 | 0.00013 | 0.00010 | 0.00011 | 0.00012 |
| 2 | 0.00010 | 0.00013 | 0.00012 | 0.00010 | 0.00012 | 0.00012 | 0.00011 |
| 3 | 0.00014 | 0.00012 | 0.00010 | 0.00012 | 0.00010 | 0.00014 | 0.00011 |
| 2 | 1 | 0.00097 | 0.00099 | 0.00099 | 0.00099 | 0.00098 | 0.00096 | 0.00102 |
| 2 | 0.00100 | 0.00098 | 0.00103 | 0.00096 | 0.00104 | 0.00099 | 0.00096 |
| 3 | 0.00103 | 0.00104 | 0.00102 | 0.00102 | 0.00099 | 0.00099 | 0.00104 |
| 3 | 1 | 0.01043 | 0.01082 | 0.01051 | 0.01088 | 0.01007 | 0.01098 | 0.01062 |
| 2 | 0.01014 | 0.01000 | 0.01062 | 0.01047 | 0.01096 | 0.01089 | 0.01025 |
| 3 | 0.01009 | 0.01070 | 0.01025 | 0.01077 | 0.01079 | 0.01090 | 0.01041 |

表A.1 精密度试验原始数据（续）

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 水平数 | 实验室 | n |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Cr  | 1 | 1 | 0.00014 | 0.00014 | 0.00011 | 0.00014 | 0.00013 | 0.00013 | 0.00012 |
| 2 | 0.00010 | 0.00011 | 0.00013 | 0.00013 | 0.00010 | 0.00013 | 0.00013 |
| 3 | 0.00013 | 0.00012 | 0.00013 | 0.00014 | 0.00010 | 0.00012 | 0.00013 |
| 2 | 1 | 0.00104 | 0.00099 | 0.00105 | 0.00102 | 0.00100 | 0.00096 | 0.00103 |
| 2 | 0.00097 | 0.00102 | 0.00102 | 0.00102 | 0.00101 | 0.00102 | 0.00104 |
| 3 | 0.00104 | 0.00102 | 0.00101 | 0.00101 | 0.00102 | 0.00103 | 0.00098 |
| 3 | 1 | 0.01036 | 0.01042 | 0.01026 | 0.01063 | 0.01071 | 0.01093 | 0.01048 |
| 2 | 0.01088 | 0.01014 | 0.01016 | 0.01085 | 0.01004 | 0.01072 | 0.01016 |
| 3 | 0.01042 | 0.01012 | 0.01010 | 0.01043 | 0.01037 | 0.01035 | 0.01003 |
| 元素 | 水平数 | 实验室 | n |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Cu  | 1 | 1 | 0.00014 | 0.00011 | 0.00012 | 0.00012 | 0.00012 | 0.00010 | 0.00011 |
| 2 | 0.00014 | 0.00014 | 0.00010 | 0.00014 | 0.00011 | 0.00011 | 0.00011 |
| 3 | 0.00011 | 0.00011 | 0.00011 | 0.00013 | 0.00010 | 0.00010 | 0.00012 |
| 2 | 1 | 0.00100 | 0.00104 | 0.00103 | 0.00102 | 0.00102 | 0.00102 | 0.00099 |
| 2 | 0.00095 | 0.00097 | 0.00105 | 0.00101 | 0.00102 | 0.00103 | 0.00099 |
| 3 | 0.00104 | 0.00100 | 0.00098 | 0.00097 | 0.00101 | 0.00104 | 0.00097 |
| 3 | 1 | 0.01017 | 0.01012 | 0.01024 | 0.01052 | 0.01009 | 0.01029 | 0.01070 |
| 2 | 0.01087 | 0.01010 | 0.01001 | 0.01075 | 0.01070 | 0.01088 | 0.01090 |
| 3 | 0.01092 | 0.01001 | 0.01090 | 0.01042 | 0.01077 | 0.01081 | 0.01058 |
| 元素 | 水平数 | 实验室 | n |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Fe | 1 | 1 | 0.00010 | 0.00014 | 0.00012 | 0.00013 | 0.00012 | 0.00012 | 0.00014 |
| 2 | 0.00013 | 0.00013 | 0.00013 | 0.00011 | 0.00014 | 0.00011 | 0.00012 |
| 3 | 0.00010 | 0.00011 | 0.00010 | 0.00011 | 0.00013 | 0.00011 | 0.00011 |
| 2 | 1 | 0.00096 | 0.00105 | 0.00104 | 0.00096 | 0.00101 | 0.00100 | 0.00097 |
| 2 | 0.00104 | 0.00100 | 0.00097 | 0.00104 | 0.00100 | 0.00095 | 0.00095 |
| 3 | 0.00100 | 0.00095 | 0.00101 | 0.00101 | 0.00096 | 0.00102 | 0.00099 |
| 3 | 1 | 0.01023 | 0.01028 | 0.01058 | 0.01006 | 0.01053 | 0.01058 | 0.01045 |
| 2 | 0.01069 | 0.01045 | 0.01038 | 0.01059 | 0.01046 | 0.01067 | 0.01050 |
| 3 | 0.01065 | 0.01057 | 0.01038 | 0.01024 | 0.01086 | 0.01027 | 0.01083 |
| 元素 | 水平数 | 实验室 | n |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Mn | 1 | 1 | 0.00011 | 0.00010 | 0.00014 | 0.00011 | 0.00012 | 0.00014 | 0.00012 |
| 2 | 0.00012 | 0.00010 | 0.00012 | 0.00013 | 0.00013 | 0.00011 | 0.00013 |
| 3 | 0.00013 | 0.00012 | 0.00011 | 0.00010 | 0.00010 | 0.00014 | 0.00011 |
| 2 | 1 | 0.00098 | 0.00102 | 0.00098 | 0.00098 | 0.00096 | 0.00097 | 0.00095 |
| 2 | 0.00095 | 0.00105 | 0.00099 | 0.00102 | 0.00096 | 0.00102 | 0.00104 |
| 3 | 0.00104 | 0.00104 | 0.00095 | 0.00103 | 0.00105 | 0.00096 | 0.00096 |
| 3 | 1 | 0.01048 | 0.01024 | 0.01072 | 0.01003 | 0.01042 | 0.01010 | 0.01077 |

表A.1 精密度试验原始数据（续）

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Mn | 3 | 2 | 0.01020 | 0.01068 | 0.01087 | 0.01063 | 0.01083 | 0.01049 | 0.01079 |
| 3 | 0.01026 | 0.01086 | 0.01046 | 0.01025 | 0.01043 | 0.01025 | 0.01087 |
| 元素 | 水平数 | 实验室 | n |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Ni | 1 | 1 | 0.00011 | 0.00012 | 0.00010 | 0.00012 | 0.00011 | 0.00011 | 0.00012 |
| 2 | 0.00010 | 0.00014 | 0.00013 | 0.00011 | 0.00013 | 0.00011 | 0.00014 |
| 3 | 0.00010 | 0.00011 | 0.00011 | 0.00011 | 0.00012 | 0.00012 | 0.00012 |
| 2 | 1 | 0.00096 | 0.00095 | 0.00104 | 0.00098 | 0.00104 | 0.00105 | 0.00101 |
| 2 | 0.00099 | 0.00098 | 0.00100 | 0.00099 | 0.00098 | 0.00099 | 0.00103 |
| 3 | 0.00102 | 0.00105 | 0.00095 | 0.00099 | 0.00095 | 0.00097 | 0.00100 |
| 3 | 1 | 0.01086 | 0.01078 | 0.01081 | 0.01089 | 0.01066 | 0.01061 | 0.01025 |
| 2 | 0.01032 | 0.01085 | 0.01069 | 0.01090 | 0.01089 | 0.01059 | 0.01005 |
| 3 | 0.01023 | 0.01060 | 0.01066 | 0.01026 | 0.01055 | 0.01027 | 0.01072 |
| 元素 | 水平数 | 实验室 | n |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Pb | 1 | 1 | 0.00014 | 0.00014 | 0.00012 | 0.00012 | 0.00013 | 0.00011 | 0.00014 |
| 2 | 0.00012 | 0.00011 | 0.00011 | 0.00014 | 0.00013 | 0.00011 | 0.00012 |
| 3 | 0.00011 | 0.00011 | 0.00013 | 0.00014 | 0.00013 | 0.00013 | 0.00012 |
| 2 | 1 | 0.00102 | 0.00102 | 0.00096 | 0.00096 | 0.00102 | 0.00096 | 0.00097 |
| 2 | 0.00103 | 0.00097 | 0.00095 | 0.00098 | 0.00100 | 0.00103 | 0.00098 |
| 3 | 0.00099 | 0.00100 | 0.00104 | 0.00099 | 0.00099 | 0.00103 | 0.00105 |
| 3 | 1 | 0.01005 | 0.01086 | 0.01006 | 0.01007 | 0.01001 | 0.01010 | 0.01005 |
| 2 | 0.01080 | 0.01034 | 0.01046 | 0.01086 | 0.01028 | 0.01013 | 0.01097 |
| 3 | 0.01084 | 0.01045 | 0.01005 | 0.01034 | 0.01037 | 0.01097 | 0.01033 |
| 元素 | 水平数 | 实验室 | n |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Zn | 1 | 1 | 0.00012 | 0.00011 | 0.00014 | 0.00011 | 0.00011 | 0.00012 | 0.00014 |
| 2 | 0.00012 | 0.00012 | 0.00010 | 0.00010 | 0.00010 | 0.00012 | 0.00014 |
| 3 | 0.00011 | 0.00013 | 0.00014 | 0.00013 | 0.00014 | 0.00011 | 0.00012 |
| 2 | 1 | 0.00103 | 0.00099 | 0.00101 | 0.00096 | 0.00102 | 0.00103 | 0.00096 |
| 2 | 0.00104 | 0.00104 | 0.00099 | 0.00102 | 0.00104 | 0.00095 | 0.00098 |
| 3 | 0.00099 | 0.00099 | 0.00100 | 0.00104 | 0.00101 | 0.00102 | 0.00100 |
| 3 | 1 | 0.01003 | 0.01071 | 0.01056 | 0.01097 | 0.01005 | 0.01046 | 0.01022 |
| 2 | 0.01067 | 0.01050 | 0.01082 | 0.01077 | 0.01002 | 0.01021 | 0.01062 |
| 3 | 0.01035 | 0.01066 | 0.01085 | 0.01025 | 0.01033 | 0.01085 | 0.01070 |

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