

202×-××-××实施

202×-××-××发布

铜及铜合金化学分析方法

第8部分：氧、氮、氢含量的测定

**Methods for chemical analysis of copper and copper alloys——**

**Part 8 : Determination of oxygen、nitrogen and hydrogen content**

（送审稿）

GB/T 5121.8—202×

代替GB/T 5121.8—2008

中华人民共和国国家标准

ICS 77.120.30

CCS H 13

ccccs

国家市场监督管理总局

国家标准化管理委员会

发布

×

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 5121《铜及铜合金化学分析方法》的第8部分。GB/T 5121已经发布了以下部分：

——第1部分：铜含量的测定；

——第2部分：磷含量的测定；

——第3部分：铅含量的测定；

——第4部分：碳、硫量的测定；

——第5部分：镍含量的测定；

——第6部分：铋含量的测定；

——第7部分：砷含量的测定；

——第8部分：氧、氮、氢含量的测定；

——第9部分：铁含量的测定；

——第10部分：锡含量的测定；

——第11部分：锌含量的测定；

——第12部分：锑含量的测定；

——第13部分：铝含量的测定；

——第14部分：锰含量的测定；

——第15部分：钴含量的测定；

——第16部分：铬含量的测定；

——第17部分：铍含量的测定；

——第18部分：镁含量的测定；

——第19部分：银含量的测定；

——第20部分：锆含量的测定；

——第21部分：钛含量的测定；

——第22部分：镉含量的测定；

——第23部分：硅含量的测定；

——第24部分：硒、碲含量的测定；

——第25部分：硼含量的测定；

——第26部分：汞含量的测定；

——第27部分：电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第28部分：铬、铁、锰、钴、镍、锌、砷、硒、银、镉、锡、锑、碲、铅、铋量的测定 电感耦合等离子体质谱法；

——第29部分：三氧化二铝含量的测定。

本文件代替GB/T 5121.8-2008《铜及铜合金化学分析方法 第8部分：氧含量的测定》，与GB/T 5121.8-2008相比，除了结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

1. 增加了惰性气体熔融-热导法测定氮含量的方法（见第4章）；
2. 增加了惰性气体熔融-红外吸收法或热导法测定氢含量的方法（见第5章）
3. 修改了氧的测定范围，由“0.00030%～0.11%”修改为“0.00030%～0.60%”（见3.1，2008年版的第1章）；
4. 增加了“规范性引用文件”（见第2章）；
5. 增加了“术语和定义”（见第3章）；
6. 增加了“试验报告”（见第6章）；
7. 删去了“石墨套坩埚示意图”（见2008年版的图1）；
8. 删去了“仪器示意图”（见2008年版的图2）；
9. 删去了“质量保证和控制”（见2008年版的第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）归口。

本文件起草单位：中铝洛阳铜加工有限公司、中国船舶重工集团公司第七二五研究所（洛阳船舶材料研究所）、金川集团股份有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所、山东中金岭南铜业有限责任公司、国标(北京）检验认证有限公司、广东省工业分析检测中心、绍兴市质量技术监督检测院、云南铜业股份有限公司、中铝材料应用研究院有限公司苏州分公司、上海有色金属工业技术监测中心有限公司、中色正锐（山东）铜业有限公司、聊城市产品质量监督检验所、山东品冠检测技术服务有限公司。

本文件主要起草人：李绍文、刘攀、张砚博、胡家彦、王士东、韩知为、任民、王长华、庄艾春、程列鑫、员阿朋、冯丹、朱云、郭丽丽、张克、刘光辉、岳好峰、张毅、徐艳燕、袁丽丽、刘若彤、罗铁础、余锡孟、徐晨曦、张惠琳、顾博、唐玉秋、陈倩倩、赵芙蓉、孔洪涛、陈雄飞。

——1985年首次发布为GB 5121.8-1985；

——1996年为第一次修订；

——2008年为第二次修订；

——本次为第三次修订。

引　　言

铜及铜合金以其优良的导电、导热和耐腐蚀性能，以及良好的力学性能和加工成型性，广泛应用于电力、电子、交通、舰船、机械、石油化工等领域。GB/T 5121旨在通过实验研究建立一套完整、切实可行且适应于铜及铜合金产品研发、生产和贸易需求的化学成分分析的方法标准，以在行业内形成统一的测试评价方法，增加检测结果的可靠性和可比性。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 5121拟由29个部分组成。

——第1部分：铜含量的测定。目的在于确立铜含量的测定方法。

——第2部分：磷含量的测定。目的在于确立磷含量的测定方法。

——第3部分：铅含量的测定。目的在于确立铅含量的测定方法。

——第4部分：碳、硫量的测定。目的在于确立碳、硫含量的测定方法。

——第5部分：镍含量的测定。目的在于确立镍含量的测定方法。

——第6部分：铋含量的测定。目的在于确立铋含量的测定方法。

——第7部分：砷含量的测定。目的在于确立砷含量的测定方法。

——第8部分：氧、氮、氢含量的测定。目的在于确立氧、氮、氢含量的测定方法。

——第9部分：铁含量的测定。目的在于确立铁含量的测定方法。

——第10部分：锡含量的测定。目的在于确立锡含量的测定方法。

——第11部分：锌含量的测定。目的在于确立锌含量的测定方法。

——第12部分：锑含量的测定。目的在于确立锑含量的测定方法。

——第13部分：铝含量的测定。目的在于确立铝含量的测定方法。

——第14部分：锰含量的测定。目的在于确立锰含量的测定方法。

——第15部分：钴含量的测定。目的在于确立钴含量的测定方法。

——第16部分：铬含量的测定。目的在于确立铬含量的测定方法。

——第17部分：铍含量的测定。目的在于确立铍含量的测定方法。

——第18部分：镁含量的测定。目的在于确立镁含量的测定方法。

——第19部分：银含量的测定。目的在于确立银含量的测定方法。

——第20部分：锆含量的测定。目的在于确立锆含量的测定方法。

——第21部分：钛含量的测定。目的在于确立钛含量的测定方法。

——第22部分：镉含量的测定。目的在于确立镉含量的测定方法。

——第23部分：硅含量的测定。目的在于确立硅含量的测定方法。

——第24部分：硒、碲含量的测定。目的在于确立硒、碲含量的测定方法。

——第25部分：硼含量的测定。目的在于确立硼含量的测定方法。

——第26部分：汞含量的测定。目的在于确立汞含量的测定方法。

——第27部分：电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的在于确立铜及铜合金中磷、银、铋、锑、砷、铁、镍、铅、锡、硫、锌、锰、镉、硒、碲、铝、硅、钴、钛、镁、铍、锆、铬、硼、汞的电感耦合等离子体原子发射光谱测定方法。

——第28部分：铬、铁、锰、钴、镍、锌、砷、硒、银、镉、锡、锑、碲、铅、铋量的测定　电感耦合等离子体质谱法。目的在于确立铜及铜合金中铬、铁、锰、钴、镍、锌、砷、硒、银、镉、锡、锑、碲、铅、铋的电感耦合等离子体质谱测定方法。

——第29部分：三氧化二铝含量的测定。目的在于确定弥散铜中三氧化二铝的测定方法。

GB/T 5121.8-2008发布实施已有十余年，已不能完全适用于高纯铜、弥散铜等铜及铜合金产品现行质量监控要求。如GB/T 5231-2022《加工铜及铜合金牌号和化学成分》新增了TUAl0.15、TUAl0.25、TUAl0.35、TUAl0.60四个弥散铜产品指标，其氧含量为0.12%～0.59%；工业和信息化部印发的《重点新材料首批次应用示范指导目录》（2019年版、2021年版）规定超高纯铜锭或超高纯铜电解板中碳、氮、氢、硫、氧气体元素含量不大于0.0005%。GB/T 5121.8-2008未能包括氮、氢的测定方法，未覆盖上述产品中高含量氧的测定范围，已无法满足铜行业上下游客户对产品中气体元素的检测要求。鉴于此，很有必要对GB/T 5121.8-2008进行修订。确保该标准适应行业变化和满足市场需求。

本文件充分考虑了目前铜及铜合金生产、研发、应用和检测的实际需求，通过增加氮、氢元素的测定方法，扩大氧元素的测定范围，进一步提高了标准的适用性，规范了铜及铜合金中氧、氮、氢元素的试验步骤，提高了各机构检测数据之间的可靠性和可比性，在提升铜合金产品质量，助力我国铜及铜合金产业发展方面具有重要意义。

铜及铜合金化学分析方法

第8部分：氧、氮、氢含量的测定

1 范围

本文件描述了铜及铜合金中氧、氮、氢含量的测定方法，包括惰性气体熔融-红外吸收法/热导法测定氧、氮含量和惰性气体熔融-红外吸收法或热导法测定氢含量。

本文件适用于铜及铜合金中氧、氮、氢含量的测定，其中方法一适用于铜及铜合金中氧、氮含量的单独测定或同时测定，方法二适用于铜及铜合金中氢含量的测定。测定范围（质量分数）为氧：0.00030%～0.60%，氮：0.00010%～0.050%，氢：0.00005%～0.0010%。由于在分析过程中会产生大量粉尘，堵塞仪器气路，影响检测结果，本文件不适用于锌含量大于1.0%的铜及铜合金。

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

YS/T　668　铜及铜合金理化检测取样方法

3　术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法一:惰性气体熔融-红外吸收法/热导法测定氧、氮含量

4.1 原理

将制备好的试料置于石墨坩埚中（需要时添加助熔剂），在惰性气氛下加热熔融，释放出氧和氮。其中氧以一氧化碳析出或随同惰性气体通过400℃的稀土氧化铜炉，使一氧化碳氧化成二氧化碳，二氧化碳和部分一氧化碳导入红外检测器进行测定计算机系统根据样品质量和信号强度计算氧含量。气路中的一氧化碳、二氧化碳及水被吸收分离后，氮气由惰性载气流导入热导检测器输出信号，计算机系统根据样品质量和信号强度计算氮含量。

4.2 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符合GB/T 6682规定的二级水。

4.2.1　硝酸（ρ1.69g/mL）。

4.2.2　磷酸（ρ1.42g/mL）。

4.2.3　冰乙酸（ρ1.05g/mL）。

4.2.4　无水乙醇或丙酮。

4.2.5　混合酸：硝酸（4.2.1）、磷酸（4.2.2）、冰乙酸（4.2.3）按体积比10：28：62混匀。

4.2.6　标准物质/标准样品：铜及铜合金中氧、氮标准物质/标准样品，或其他适用的标准物质/标准样品。

4.2.7　镍篮：1g，纯度不小于99.9%，氧不大于0.0010%，氮不大于0.0002%。使用前宜按以下操作进行表面清洗：使用混合酸（4.2.5）浸泡5 min后迅速取出用流水冲洗2 min～3 min，经无水乙醇或丙酮（4.2.4）清洗后浸泡于新的无水乙醇或丙酮（4.2.4）中备用。使用时取出用冷风吹干。

4.2.8　高纯氦（或高纯氩）：纯度不小于99.999%。

4.2.9　动力气（氮气、氩气或压缩空气）：其杂质（油或水）不大于0.5%。

4.2.10　石墨坩锅：采用高纯或光谱纯石墨加工而成。

4.3 仪器设备

惰性气体熔融-红外/热导检测系统（包括电极炉、吸尘装置、载气净化及分析气体转化系统、红外检测器和热导检测器、计算机及软件控制系统）。如仅单独检测氧含量或氮含量，也可选用单独配备红外检测器或热导检测器的仪器。

4.4 样品

4.4.1　按照YS/T 668规定将试样加工成直径Ф2mm～Ф5mm或截面2mm×2mm～5mm×5mm、长度大于40mm的圆棒或条状，或其他具有足够尺寸和重量的小块。线材、丝材可直接取样。

4.4.2　采用车床、钢锉去除表面污染或氧化层，暴露出新鲜金属表面。加工时不可过热以防氧化。

4.4.3　用专用钢锉、手锯或断线剪将样品加工成所需的重量，加工后的试样应无气孔、裂纹等肉眼可见的缺陷。

4.4.4　将试样置于混合酸（4.2.5）中浸泡10min，取出后迅速用水洗净，再以无水乙醇或丙酮（4.2.4）洗涤，冷风吹干后立即分析。处理好的样品在检测前不能有任何污染，检测过程应使用干净的镊子进行夹取。如试样发生氧化应重复本步骤进行处理。

4.4.5 如仅检测氮含量，可以选择按4.4.1～4.4.4操作或按YS/T 668将试样制备成屑状进行分析。

4.5 试验步骤

4.5.1 试料

称取0.10g～2.00g试样（4.4），精确至0.0001g。

4.5.2 测定次数

独立进行二次测定，结果取其平均值。

4.5.3 空白试验

随同试料（4.5.1）做空白试验，按仪器说明书进行空白补偿或扣除。补偿或扣除后的空白值（绝对值）应不大于0.00005%。如在分析样品时使用镍篮（4.2.7），空白试验还应包括镍篮（4.2.7）的空白。

4.5.4 预分析

使用仪器自带原始工作曲线或其他相近的工作曲线，按4.6对试料（4.5.1）进行预分析，得到待测样品中氧、氮的预计含量。

4.5.5 仪器校准

4.5.5.1 单标准点校准

选取一种标准物质/标准样品（4.2.6），其氧、氮含量应接近于待测样品的预计含量，或通过控制试料质量的方式使标准物质/标准样品中氧、氮质量与待测样品中氧、氮质量相近。按照仪器说明书的要求执行单标准点校准程序，并至少重复分析3次，取其平均值，分别进行氧、氮校准曲线的校准。

4.5.5.2 多标准点校准

选取两种或两种以上标准物质/标准样品（4.2.6），标准物质/标准样品（4.2.6）中氧、氮含量应涵盖待测样品中氧、氮含量，或通过控制试料质量的方式使标准物质/标准样品中氧、氮质量应涵盖待测样品中氧、氮质量。按仪器说明书的要求进行多点曲线校准，每种标准物质/标准样品（4.2.6）至少重复分析3次，取其平均值，分别进行氧、氮校准曲线的校准。

4.6 试料分析

准确称取试料（4.5.1），将其置于惰性气体熔融-红外/热导检测系统加样器，装入石墨坩锅（4.2.10），按仪器操作说明书操作，计算机自动显示分析结果。推荐仪器分析条件见附录A。

注：如试样主成分中含有硅、铬、钛、锆、钨、钼、氧化铝等难熔组分，应将称量后的试料装入镍篮（4.2.7），封口后置于加样器。

4.7　数据处理

若分析结果不小于0.100%时，保留三位有效数字；若分析结果小于0.10%时，保留两位有效数字。

4.8 精密度

4.8.1 重复性

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1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1数据采用线性内插法或外延法求得。

表1 重复性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 氧的质量分数/% | 0.00060 | 0.00151 | 0.00419 | 0.0204 | 0.355 |
| 重复性限（*r*）/% | 0.00010 | 0.00020 | 0.00021 | 0.0011 | 0.011 |
| 氮的质量分数/% | 0.00032 | 0.00199 | 0.0478 | --- | --- |
| 重复性限（*r*）/% | 0.00010 | 0.00022 | 0.0020 | --- | --- |
| 注：重复性限（*r*）为2.83Sr，Sr为重复性标准偏差。 | | | | | |

4.8.2 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*）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。

表2 再现性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 氧的质量分数/% | 0.00060 | 0.00151 | 0.00419 | 0.0204 | 0.355 |
| 再现性限（*R*）/% | 0.00019 | 0.00034 | 0.00037 | 0.0028 | 0.021 |
| 氮的质量分数/% | 0.00032 | 0.00199 | 0.0478 | --- | --- |
| 再现性限（*R*）/% | 0.00017 | 0.00050 | 0.0037 | --- | --- |
| 注：再现性限（*R*）为2.83SR，SR为再现性标准偏差。 | | | | | |

5 方法二: 惰性气体熔融-红外吸收法或热导法测定氢含量

5.1 原理

将制备好的试料置于石墨坩埚中，在惰性气氛下加热熔融，释放出氢。氢分子与释放出的其他气体（如一氧化碳等）分离后由惰性载气导入热导检测器输出信号；或随同惰性载气通过氧化铜炉后转化为水分子，导入红外检测器输出信号。计算机根据样品质量和信号强度计算氢含量。

5.2 试剂或材料

5.2.1　无水乙醇或丙酮，分析纯。

5.2.2　标准物质/标准样品：铜及铜合金中氢标准物质/标准样品，或其他适用的钢中氢标准物质/标准样品。

5.2.3　助熔剂：锡片或锡粒，纯度不小于99.99%，氢不大于0.0001%。

5.2.4　高纯氦（或高纯氮）：纯度不小于99.999%。

5.2.5　动力气（氮气、氩气或压缩空气）：其杂质（油或水）不大于0.5%。

5.2.6　石墨坩埚：采用高纯或光谱纯石墨加工而成。

4.3 仪器设备

惰性气体熔融-红外或热导检测系统（包括电极炉、吸尘装置、载气净化及分析气体转化系统、红外检测器或热导检测器、计算机及软件控制系统）。附录A给出了推荐仪器工作条件。

5.4 样品

5.4.1　将试样加工成直径Ф4mm～Ф6mm，或截面为3mm×3mm～5mm×5mm，长度大于40mm的圆棒或条状，或其他具有足够尺寸和重量的小块。线材、丝材可直接取样。

5.4.2　采用车床、钢锉去除表面污染或氧化层，暴露出新鲜金属表面。加工时不可过热以防氢元素逸出。

5.4.3　用专用钢锉、手锯或断线剪将样品加工成所需的重量，加工后的试样应无气孔、裂纹等肉眼可见的缺陷。

5.4.4　将试样置于无水乙醇或丙酮（5.2.1）洗涤，冷风吹干或自然风干后立即分析。处理好的样品在检测前不能有任何污染，检测过程应使用干净的镊子进行夹取。

5.5 试验步骤

5.5.1　试料

称取0.5 g～2.0 g试样（5.4），精确至0.0001 g。

5.5.2　测定次数

独立进行二次测定，结果取其平均值。

5.5.3 空白试验

随同试料（5.5.1）做空白试验，按仪器说明书进行空白补偿或扣除。补偿或扣除后的空白值（绝对值）应不大于0.00002%。

5.5.4 预分析

使用仪器自带原始工作曲线或其他相近的工作曲线，按5.6对试料（5.5.1）进行预分析，得到待测样品中氢的预计含量。

5.5.5 仪器校准

选取一种标准物质/标准样品（5.2.2），其氢含量应接近于待测样品的含量，或通过控制试料质量的方式使标准物质/标准样品（5.2.2）中氢质量与待测样品中氢质量相近。按照仪器说明书的要求执行单标准点校准程序，并至少重复分析3次，取其平均值，进行氢校准曲线的校准。

5.6　试料分析

准确称取试料（5.5.1），将其置于惰性气体熔融-红外/热导检测系统加样器，装入含有助熔剂（5.2.3）的石墨坩锅（5.2.6），助熔剂（5.2.3）加入量与试料（5.5.1）重量比为约2:1。按仪器操作说明书操作，计算机自动显示分析结果。

5.7 数据处理

若分析结果不小于0.00010%时，保留两位有效数字；若分析结果小于0.00010%时，保留一位有效数字。

5.8 精密度

5.8.1 重复性

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3数据采用线性内插法或外延法求得。

表3 重复性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 氢的质量分数/% | 0.00017 | 0.00038 | 0.00060 |
| 重复性限*r*/% | 0.00005 | 0.00006 | 0.00009 |
| 注：重复性限（*r*）为2.83Sr，Sr为重复性标准偏差。 | | | |

5.8.2 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4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*）情况不超过5%。再现性限（*R*）按表4数据采用线性内插法或外延法求得。

表4 再现性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 氢的质量分数/% | 0.00017 | 0.00038 | 0.00060 |
| 再现性限*R*/% | 0.00008 | 0.00009 | 0.00014 |
| 注：再现性限（*R*）为2.83SR，SR为重复性标准偏差。 | | | |

6 试验报告

试验报告至少应包括下列内容：

——样品；

——本文件的编号；

——所使用的方法；

——分析结果及其表示；

——测定中观察到的异常现象；

——试验人员；

——试验日期。

附 录 A

(资料性)

仪器分析条件（推荐）

推荐的仪器分析条件见表A.1，实验室也可根据仪器说明书优化确定其它适用的分析条件。

表A.1　仪器分析条件

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 测定元素 | 方法 | 载气 | 石墨坩埚 | 脱气功率  kW | 分析功率  kW | 分析时间  s |
| 氧 | 红外吸收法 | 氦气、氩气 | 套坩埚 | 5.50 | 4.50 | 30 |
| 氮 | 热导法 | 氦气 | 套坩埚 | 5.50 | 4.50 | 30 |
| 氢 | 红外吸收法 | 氦气 | 标准坩埚 | 3.25 | 2.75 | 45 |
| 热导法 | 氮气 | 标准坩埚 | 3.25 | 2.75 | 45 |

附录B

(资料性)

精密度试验原始数据

精密度试验原始数据是2023年由9家～10家实验室分别对铜及铜合金中氧的5个、氮的3个和氢的3个不同水平样品进行共同试验确定。每个实验室分别对每个水平的氧、氮、氢的含量在重复性条件下独立测定7次。测量原始数据见表B.1～表B.3。

表B.1 氧精密度试验原始数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室 | 水平数 | *ω*O/% | | | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 1 | 1 | 0.00057 | 0.00062 | 0.00057 | 0.00057 | 0.00061 | 0.00062 | 0.00063 |
| 2 | 0.00160 | 0.00151 | 0.00156 | 0.00152 | 0.00158 | 0.00148 | 0.00145 |
| 3 | 0.00414 | 0.00406 | 0.00402 | 0.00412 | 0.00434 | 0.00410 | 0.00411 |
| 4 | 0.0196 | 0.0206 | 0.0207 | 0.0199 | 0.0201 | 0.0204 | 0.0199 |
| 5 | 0.364 | 0.360 | 0.360 | 0.362 | 0.357 | 0.357 | 0.371 |
| 2 | 1 | 0.00061 | 0.00063 | 0.00061 | 0.00070 | 0.00066 | 0.00060 | 0.00074 |
| 2 | 0.00165 | 0.00169 | 0.00170 | 0.00161 | 0.00164 | 0.00178 | 0.00173 |
| 3 | 0.00411\* | 0.00410\* | 0.00422\* | 0.00440\* | 0.00451\* | 0.00430\* | 0.00440\* |
| 4 | 0.0191 | 0.0190 | 0.0195 | 0.0185 | 0.0186 | 0.0184 | 0.0183 |
| 5 | 0.371\* | 0.367\* | 0.353\* | 0.353\* | 0.382\* | 0.361\* | 0.376\* |
| 3 | 1 | 0.00066\* | 0.00071\* | 0.00060\* | 0.00083\* | 0.00086\* | 0.00085\* | 0.00068\* |
| 2 | 0.00102\* | 0.00119\* | 0.00123\* | 0.00138\* | 0.00137\* | 0.00140\* | 0.00141\* |
| 3 | 0.00471\*\* | 0.00475\*\* | 0.00483\*\* | 0.00489\*\* | 0.00473\*\* | 0.00462\*\* | 0.00478\*\* |
| 4 | 0.0212 | 0.0214 | 0.0211 | 0.0211 | 0.0212 | 0.0211 | 0.0209 |
| 5 | 0.350 | 0.351 | 0.354 | 0.355 | 0.353 | 0.350 | 0.356 |
| 4 | 1 | 0.00055 | 0.00057 | 0.00060 | 0.00056 | 0.00063 | 0.00059 | 0.00062 |
| 2 | 0.00142 | 0.00155 | 0.00149 | 0.00151 | 0.00149 | 0.00144 | 0.00142 |
| 3 | 0.00421 | 0.00421 | 0.00434 | 0.00431 | 0.00433 | 0.00436 | 0.00428 |
| 4 | 0.0196 | 0.0197 | 0.0198 | 0.0208 | 0.0196 | 0.0199 | 0.0198 |
| 5 | 0.355 | 0.356 | 0.351 | 0.357 | 0.360 | 0.355 | 0.352 |
| 5 | 1 | 0.00061 | 0.00057 | 0.00066 | 0.00056 | 0.00065 | 0.00063 | 0.00059 |
| 2 | 0.00161 | 0.00159 | 0.00136 | 0.00140 | 0.00148 | 0.00140 | 0.00153 |
| 3 | 0.00406 | 0.00409 | 0.00406 | 0.00407 | 0.00409 | 0.00405 | 0.00404 |
| 4 | 0.0200 | 0.0196 | 0.0200 | 0.0205 | 0.0203 | 0.0198 | 0.0203 |
| 5 | 0.352 | 0.349 | 0.351 | 0.351 | 0.345 | 0.352 | 0.348 |
| 6 | 1 | 0.00066 | 0.00071 | 0.00058 | 0.00059 | 0.00064 | 0.00061 | 0.00063 |
| 2 | 0.00144 | 0.00156 | 0.00149 | 0.00160 | 0.00152 | 0.00153 | 0.00158 |
| 3 | 0.00435 | 0.00423 | 0.00419 | 0.00435 | 0.00415 | 0.00422 | 0.00411 |
| 4 | 0.0205 | 0.0209 | 0.0202 | 0.0207 | 0.0198 | 0.0196 | 0.0199 |
| 5 | 0.353 | 0.350 | 0.357 | 0.355 | 0.361 | 0.364 | 0.358 |

表B.1 氧精密度试验原始数据（续）

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室 | 水平数 | *ω*O/% | | | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 7 | 1 | 0.00064 | 0.00068 | 0.00055 | 0.00072 | 0.00068 | 0.00067 | 0.00058 |
| 2 | 0.00145 | 0.00156 | 0.00138 | 0.00143 | 0.00152 | 0.00155 | 0.00143 |
| 3 | 0.00416 | 0.00434 | 0.00427 | 0.00416 | 0.00420 | 0.00420 | 0.00418 |
| 4 | 0.0200 | 0.0213 | 0.0199 | 0.0211 | 0.0203 | 0.0200 | 0.0209 |
| 5 | 0.363 | 0.366 | 0.360 | 0.359 | 0.362 | 0.353 | 0.365 |
| 8 | 1 | 0.00054 | 0.00052 | 0.00053 | 0.00053 | 0.00054 | 0.00057 | 0.00052 |
| 2 | 0.00146 | 0.00141 | 0.00148 | 0.00144 | 0.00138 | 0.00159 | 0.00150 |
| 3 | 0.00429 | 0.00416 | 0.00410 | 0.00442 | 0.00438 | 0.00424 | 0.00412 |
| 4 | 0.0206\* | 0.0209\* | 0.0196\* | 0.0196\* | 0.0192\* | 0.0195\* | 0.0185\* |
| 5 | 0.368\* | 0.393\* | 0.380\* | 0.371\* | 0.373\* | 0.351\* | 0.357\* |
| 9 | 1 | 0.00059 | 0.00059 | 0.00060 | 0.00061 | 0.00058 | 0.00061 | 0.00060 |
| 2 | 0.00161 | 0.00159 | 0.00157 | 0.00157 | 0.00160 | 0.00146 | 0.00152 |
| 3 | 0.00410 | 0.00411 | 0.00422 | 0.00413 | 0.00419 | 0.00411 | 0.00417 |
| 4 | 0.0219 | 0.0217 | 0.0217 | 0.0209 | 0.0209 | 0.0211 | 0.0207 |
| 5 | 0.345 | 0.347 | 0.347 | 0.341 | 0.351 | 0.351 | 0.353 |
| 10 | 1 | 0.00051 | 0.00053 | 0.00052 | 0.00054 | 0.00053 | 0.00055 | 0.00056 |
| 2 | 0.00132 | 0.00136 | 0.00138 | 0.00164 | 0.00132 | 0.00144 | 0.00136 |
| 3 | 0.00415 | 0.00415 | 0.00419 | 0.00414 | 0.00421 | 0.00420 | 0.00420 |
| 4 | 0.0216 | 0.0216 | 0.0216 | 0.0216 | 0.0214 | 0.0213 | 0.0215 |
| 5 | 0.358 | 0.358 | 0.351 | 0.349 | 0.357 | 0.348 | 0.347 |
| 注：“\*”为岐离值，“\*\*”为离群值。 | | | | | | | | |

表B.2 氮精密度试验原始数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室 | 水平数 | *ω*N/% | | | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 1 | 1 | 0.000338 | 0.000305 | 0.000289 | 0.000341 | 0.000348 | 0.000279 | 0.000385 |
| 2 | 0.00192 | 0.00188 | 0.00191 | 0.00181 | 0.00194 | 0.00194 | 0.00202 |
| 3 | 0.0479 | 0.0476 | 0.0468 | 0.0479 | 0.0476 | 0.0476 | 0.0470 |
| 2 | 1 | 0.000283 | 0.000241 | 0.000316 | 0.000250 | 0.000261 | 0.000310 | 0.000258 |
| 2 | 0.00198\*\* | 0.00220\*\* | 0.00201\*\* | 0.00249\*\* | 0.00195\*\* | 0.00211\*\* | 0.00223\*\* |
| 3 | 0.0475 | 0.0478 | 0.0481 | 0.0484 | 0.0482 | 0.0480 | 0.0468 |
| 3 | 1 | 0.00034 | 0.00031 | 0.00026 | 0.00034 | 0.00036 | 0.00032 | 0.00046 |
| 2 | 0.00218 | 0.00232 | 0.00229 | 0.00229 | 0.00222 | 0.00232 | 0.00216 |
| 3 | 0.185\*\* | 0.186\*\* | 0.188\*\* | 0.187\*\* | 0.186\*\* | 0.188\*\* | 0.189\*\* |
| 4 | 1 | 0.000324 | 0.000411 | 0.000380 | 0.000390 | 0.000426 | 0.000400 | 0.000443 |
| 2 | 0.00224 | 0.00218 | 0.00189 | 0.00204 | 0.00204 | 0.00190 | 0.00206 |
| 3 | 0.0486 | 0.0489 | 0.0497 | 0.0489 | 0.0482 | 0.0481 | 0.0484 |

表B.2氮精密度试验原始数据（续）

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室 | 水平数 | *ω*N/% | | | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 5 | 1 | 0.000324 | 0.000411 | 0.000380 | 0.000390 | 0.000426 | 0.000400 | 0.000443 |
| 2 | 0.00224 | 0.00218 | 0.00189 | 0.00204 | 0.00204 | 0.00190 | 0.00206 |
| 3 | 0.0486 | 0.0489 | 0.0497 | 0.0489 | 0.0482 | 0.0481 | 0.0484 |
| 7 | 1 | 0.000370 | 0.000325 | 0.000311 | 0.000249 | 0.000258 | 0.000279 | 0.000330 |
| 2 | 0.00195 | 0.00211 | 0.00198 | 0.00196 | 0.00191 | 0.00196 | 0.00206 |
| 3 | 0.0483 | 0.0477 | 0.0480 | 0.0479 | 0.0481 | 0.0471 | 0.0473 |
| 8 | 1 | 0.000340 | 0.000348 | 0.000299 | 0.000331 | 0.000288 | 0.000282 | 0.000320 |
| 2 | 0.00202 | 0.00210 | 0.00213 | 0.00190 | 0.00189 | 0.00191 | 0.00204 |
| 3 | 0.0434\* | 0.0441\* | 0.0437\* | 0.0467\* | 0.0437\* | 0.0446\* | 0.0451\* |
| 9 | 1 | 0.000327 | 0.000311 | 0.000347 | 0.000307 | 0.000311 | 0.000315 | 0.000310 |
| 2 | 0.00201 | 0.00202 | 0.00198 | 0.00199 | 0.00201 | 0.00186 | 0.00192 |
| 3 | 0.0481 | 0.0482 | 0.0479 | 0.0483 | 0.0485 | 0.0478 | 0.0477 |
| 10 | 1 | 0.00031 | 0.00028 | 0.00025 | 0.00036 | 0.00030 | 0.00036 | 0.00026 |
| 2 | 0.00178 | 0.00171 | 0.00161 | 0.00174 | 0.00184 | 0.00175 | 0.00180 |
| 3 | 0.0477 | 0.0469 | 0.0470 | 0.0482 | 0.0463 | 0.0483 | 0.0451 |
| 注：“\*”为岐离值，“\*\*”为离群值。 | | | | | | | | |

表B.3 氢精密度试验原始数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室 | 水平数 | *ω*H/% | | | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 1 | 1 | 0.000169 | 0.000222 | 0.000191 | 0.000185 | 0.000196 | 0.000214 | 0.000203 |
| 2 | 0.000395 | 0.000358 | 0.000390 | 0.000417 | 0.000406 | 0.000397 | 0.000370 |
| 3 | 0.000626 | 0.000663 | 0.000653 | 0.000659 | 0.000686 | 0.000606 | 0.000600 |
| 2 | 1 | 0.000142 | 0.000192 | 0.000127 | 0.000164 | 0.000126 | 0.000136 | 0.000157 |
| 2 | 0.000385 | 0.000360 | 0.000426 | 0.000353 | 0.000374 | 0.000324 | 0.000343 |
| 3 | 0.000546 | 0.000612 | 0.000620 | 0.000609 | 0.000581 | 0.000513 | 0.000620 |
| 3 | 1 | 0.00014 | 0.00013 | 0.00019 | 0.00012 | 0.00015 | 0.00017 | 0.00016 |
| 2 | 0.00033\*\* | 0.00033\*\* | 0.00033\*\* | 0.00034\*\* | 0.00030\*\* | 0.00042\*\* | 0.00026\*\* |
| 3 | 0.00045\*\* | 0.00040\*\* | 0.00054\*\* | 0.00036\*\* | 0.00046\*\* | 0.00036\*\* | 0.00048\*\* |
| 4 | 1 | 0.000172 | 0.000187 | 0.000165 | 0.000188 | 0.000185 | 0.000192 | 0.000192 |
| 2 | 0.000399 | 0.000362 | 0.000407 | 0.000398 | 0.000385 | 0.000389 | 0.000370 |
| 3 | 0.000525 | 0.000559 | 0.000601 | 0.000587 | 0.000577 | 0.000565 | 0.000548 |
| 5 | 1 | 0.000215\* | 0.000218\* | 0.000143\* | 0.000206\* | 0.000172\* | 0.000137\* | 0.000152\* |
| 2 | 0.000380 | 0.000382 | 0.000375 | 0.000401 | 0.000384 | 0.000392 | 0.000406 |
| 3 | 0.000640 | 0.000538 | 0.000604 | 0.000575 | 0.000574 | 0.000633 | 0.000571 |
| 7 | 1 | 0.000167 | 0.000149 | 0.000132 | 0.000185 | 0.000152 | 0.000175 | 0.000181 |
| 2 | 0.000369 | 0.000377 | 0.000397 | 0.000376 | 0.000341 | 0.000380 | 0.000403 |
| 3 | 0.000611 | 0.000638 | 0.000573 | 0.000560 | 0.000654 | 0.000663 | 0.000610 |

表B.3 氢精密度试验原始数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室 | 水平数 | *ω*H/% | | | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 8 | 1 | 0.000157 | 0.000156 | 0.000146 | 0.000161 | 0.000181 | 0.000190 | 0.000160 |
| 2 | 0.000446\*\* | 0.000454\*\* | 0.000401\*\* | 0.000439\*\* | 0.000417\*\* | 0.000482\*\* | 0.000460\*\* |
| 3 | 0.000631 | 0.000696 | 0.000633 | 0.000686 | 0.000650 | 0.000641 | 0.000628 |
| 9 | 1 | 0.000174 | 0.000167 | 0.000159 | 0.000192 | 0.000189 | 0.000172 | 0.000199 |
| 2 | 0.000383 | 0.000372 | 0.000361 | 0.000359 | 0.000387 | 0.000392 | 0.000388 |
| 3 | 0.000581 | 0.000579 | 0.000581 | 0.000592 | 0.000590 | 0.000583 | 0.000591 |
| 10 | 1 | 0.000143 | 0.000148 | 0.000151 | 0.000183 | 0.000180 | 0.000143 | 0.000145 |
| 2 | 0.000373 | 0.000384 | 0.000388 | 0.000431 | 0.000431 | 0.000363 | 0.000380 |
| 3 | 0.000596 | 0.000588 | 0.000642 | 0.000569 | 0.000581 | 0.000571 | 0.000624 |
| 注：“\*”为岐离值，“\*\*”为离群值。 | | | | | | | | |