ICS 77.120.99

CCS H 13

　中华人民共和国工业和信息化部 发布

XXXX-XX-XX实施

XXXX-XX-XX发布

粗硒化学分析方法

第5部分：铂和钯含量的测定

 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of crude selenium —

Part 5: Determination of platinum and palladium content —

Inductively coupled plasma atomic emission apectrometry

(送审稿)

YS/T XXXX.5—201X



中华人民共和国有色金属行业标准

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 XXX《粗硒化学分析方法》的第5部分。YS/T XXXxxx已经发布了以下部分:

——第1部分：金量的测定 火试金重量法和原子吸收光谱法；

——第2部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第3部分：硒量的测定 盐酸羟胺还原重量法和硫代硫酸钠滴定法；

——第4部分：碲含量的测定 重量法；

——第5部分：铂、钯含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

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：深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、江西铜业股份有限公司、广东先导稀材股份有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、广东省科学院分析测试中心、铜陵有色金属集团控股有限公司、国标(北京）检验认证有限公司、大冶有色设计研究院有限公司、昆明冶金研究院有限责任公司、北矿检测技术有限公司、山东中金岭南铜业有限责任公司、紫金铜业有限公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、广西壮族自治区分析测试研究中心、中国检验认证集团广西有限公司、中国有色桂林矿产地质院研究有限公司、 山西北方铜业股份有限公司、防城港市东途矿产检测有限公司、金隆铜业有限公司、郴州质量监督检测所、长沙矿冶研究院有限责任公司、广西南丹南方金属有限公司、辽宁中科力勒检测技术服务有限公司。

本文件主要起草人：

引言

铂、钯是贵金属。钯元素钯是航天、航空、航海、兵器和核能等高科技领域以及汽车制造业不可缺少的关键材料，钯是汽车排气系统机外净化装置催化转化器的关键成分，能将有毒气体CO\CO2转化为危害较轻的物质。随着环保意识的增强，国际国内对钯的需求有增无减，导致钯的市场价格已高于金的价格。铂兼具工业金属和贵金属双重身份，不仅是首饰的原料和投资品，也是燃料电池的心脏。燃料电池汽车将成为新能源汽车的重要构成，因此推长了铂的需求增长。

全球市场上流通和使用的硒主要由铜、铅、锌等冶金工业中将硒作为伴生元素富集加工而得来的，铜冶炼是主要的硒元素的来源途径。硒从矿成品原料中伴生的稀散的硒元素到富集成粗硒的过程中，铂钯等贵金属也逐步累积，粗硒中铂、钯含量范围最高达0.05%，具有了较高的提炼价值，其铂钯含量就成了买卖双方关注的焦点。因此准确分析粗硒中铂钯的含量显得尤为重要。现行YS/TXXX粗硒化学分析方法系列标准中，没有铂钯的分析方法，无法满足市场贸易结算的要求。

YS/T XXXX拟由5个部分组成：

——第1部分：金量的测定 火试金重量法和原子吸收光谱法；

——第2部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第3部分：硒量的测定 盐酸羟胺还原重量法和硫代硫酸钠滴定法；

——第4部分：碲含量的测定 重量法；

——第5部分：铂、钯含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本文件可以确保行业标准的先进性，保证行业从业人员在生产、应用、科研、检测过程中有标准可依，准确分析粗硒中铂、钯的化学成分，对指导粗硒加工工艺则有着尤为关键的作用。

粗硒化学分析方法

第5部分：铂和钯含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本文件描述了粗硒中铂和钯含量的测定方法。

本文件适用于粗硒中铂和钯含量的测定。测定范围为：铂0.00020%～0.0550%，钯：0.00020%～0.1200%

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

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法提要

试样用盐酸、硝酸、高氯酸溶解，溶液定容后称重（精确到0.000 1g），在王水介质中，于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上测定铂和钯的发射强度，按工作曲线法计算各元素的质量分数。

5 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

5.1 盐酸（*ρ*=1.18 g/mL）；

5.2 硝酸 (*ρ*=1.41 g/mL)；

5.3 高氯酸（*ρ*=1.68 g/mL）；

5.4 混合酸：3体积盐酸（5.1）和1体积硝酸（5.2）混匀，用时现配。

5.5 铂标准贮存溶液：称取0.2000 g铂（*w*Pt≥99.99%）于250 mL烧杯中，加入15 mL盐酸（5.1）、5 mL硝酸（5.2），加热溶解，冷却，转移至已预先称重的100 mL的容量瓶（*m*0）中，用水稀释至刻度，称重（*m*1），摇匀。

5.6 钯标准贮存溶液：称取0.2000 g钯（*w*Pd≥99.99%）于250 mL烧杯中，加入15 mL盐酸（5.1）、5 mL硝酸（5.2），加热溶解，冷却，转移至已预先称重的100 mL的容量瓶（*m*2）中，用水稀释至刻度，称重（*m*3），摇匀。

5.7 铂、钯混合标准溶液：分别移取5.00 mL铂标准贮存溶液（5.5）和钯标准贮存溶液(5.6)于一预先称重的100 mL的容量瓶中，称重，分别记为*m*4、*m*5，加入5 mL混合酸（5.4），用水稀释至刻度，称重（*m*6），摇匀。此溶液1 mL大约含铂、钯各100 ug。

6 仪器和设备

 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，凡能达到下列指标者均可使用：

——分辨率：200 nm处分辨率不大于0.010 nm，400 nm处分辨率不大于0.020 nm；

——重复性：连续11次测量质量浓度为1.00 μg/mL的铂和钯标准溶液的发射强度，各元素光强度的相对标准偏差均小于1.5%；

——各元素的推荐谱线为Pt：265.945nm；Pd：340.4585nm或360.9555nm。

7 样品

样品粒度应不大于100 μm。样品应在100 ℃～105 ℃烘箱中烘干1 h，并置于干燥器中冷却至室温备用。

8 试验步骤

8.1 试料

称取1.0 g样品（7），精确至0.000 1g。

8.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

8.3 空白实验

随同试料做空白实验。

8.4 测定

8.4.1将试料置于300 mL烧杯中，用水量水润湿，加入15 mL混合酸（5.4）,盖上表面皿，加热溶解至体积约5 mL，加入10 mL高氯酸（5.3），继续加热冒烟至近干。取下冷却，加入10 mL混合酸（5.4），用水吹洗表面皿及杯壁，加热溶解盐类，取下冷却至室温。

8.4.2 将溶解好的试料转移至已预先称重的100 mL容量瓶（*m*7）中，用水稀释至刻度，称重（*m*8），摇匀**。**

注1：如果仪器灵敏度不高，可将溶液转移至50mL容量瓶中，待测。

8.4.3 铂和钯含量的测定

于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，在选定的工作条件下，与系列标准溶液同步测定试液中铂和钯的发射强度，根据工作曲线计算出样品中铂和钯的含量。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 分别移取0 mL、0.05 mL、0.2 mL、1.0 mL、5.0 mL、10.0 mL钯、铂混合标准溶液（5.7）于6个已称重的100 mL容量瓶中，称重，加入10 mL混合酸（5.4），用水稀释至刻度，称重后摇匀。根据样品含量范围，选取合适的包含零浓度在内的5个标准溶液（接近样品溶液的浓度），使标准溶液浓度范围能覆盖样品溶液的浓度范围。

8.5.2 于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，在选定的工作条件下，测定系列标准溶液（8.5.1）中各待测元素的发射强度。以质量浓度为横坐标，发射强度为纵坐标，绘制工作曲线。工作曲线线性相关系数应≥0.9999。

9 试验数据处理

铂和钯含量以铂和钯的质量分数*wx* 计，按公式（1）计算：

*w*x=$\frac{（ρ\_{x}-ρ\_{0}）×∙(m\_{8}-m\_{7})×10^{-6}}{m}$×100%……………………………………………（1）

式中：

*x*——被测元素，铂或钯；

*ρ*x——测定试液中铂或钯的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/g）；

*Ρ*0——空白试液中铂或钯的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/g）；

*m*8——试料溶液定容后容量瓶和溶液的总质量，单位为克（g）；

*m*7——试料溶液定容前空容量瓶的质量，单位为克（g）；

*m ——*试料的质量，单位为克（g）。

当*wx<*0.0010 *%*时，计算结果表示表示到小数点后五位，*wx≥*0.010 *%*时，计算结果表示到小数点后四位。

注2：当样品中铂钯含量低于仪器的检出限时，*ρ*x用检出限代入计算，计算结果表示为 *wx* < 用检出限所得值

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2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2数据采用线性内插法或外延法求得。

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Pt /（%） | 0.00017 | 0.0026 | 0.0119 | 0.0268 | 0.0534 | —— |
| *r/*（%） | 0.00004 | 0.0003 | 0.0008 | 0.0016~~（10）~~ | 0.0018~~（16）~~ | —— |
| *w*Pd /（%） | 0.00024 | 0.0027 | 0.0125 | 0.0253 | 0.0734 | 0.1070 |
| *r*/（%） | 0.00004 | 0.0003 | 0.0008 | 0.0016（16） | 0.0021~~（21）~~ | 0.0031 |

10.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限（*R*），超过再现性限（*R*）的情况不超过5 %，再现性限（*R*）按表3数据采用线性内插法或外延法求得。

表3 再现性限 （*R*）

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Pt /（%） | 0.00017  | 0.0026  | 0.0119  | 0.0268  | 0.0534  | —— |
| *R/*（%） | 0.00005  | 0.0004 | 0.0018 | 0.0024~~（19）~~ | 0.0027 ~~（27）~~ | —— |
| *w*Pd /（%） | 0.00024 | 0.0027 | 0.0125 | 0.0254 | 0.0735 | 0.1070 |
| *R*/（%） | 0.00005  | 0.0004 | 0.0018 | 0.0024~~（31）~~ | **0.0035~~（41）~~** | 0.0052~~（57）~~  |

11 试验报告

试验报告至少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；

*——* 测定中观察的异常现象；

*——* 试验日期。

（资料性）

 铂精密度试验原始数据

精密度数据是在2023年由23家实验室对5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次。测定的原始数据见表A.1。

表A.1 铂精密度试验原始数据

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 实验室名称 | 水平 | 铂含量（质量分数）% |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 1 | 1 | 0.00016 | 0.00017 | 0.00016 | 0.00017 | 0.00016 | 0.00016 | 0.00016 |
| 2 | 0.0025 | 0.0026 | 0.0025 | 0.0026 | 0.0026 | 0.0026 | 0.0027 |
| 3 | 0.012 | 0.0121 | 0.0123 | 0.0124 | 0.0118 | 0.0119 | 0.0124 |
| 4 | 0.027 | 0.0273 | 0.0269 | 0.0268 | 0.0264 | 0.0271 | 0.0279 |
| 5 | 0.0538 | 0.0528 | 0.0534 | 0.0537 | 0.0527 | 0.0532 | 0.0521 |
| 2 | 1 | 0.00017 | 0.00017 | 0.00016 | 0.00017 | 0.00015 | 0.00015 | 0.00016 |
| 2 | 0.0026 | 0.0026 | 0.0025 | 0.0027 | 0.0027 | 0.0026 | 0.0027 |
| 3 | 0.012 | 0.0121 | 0.0123 | 0.0124 | 0.0118 | 0.0119 | 0.0124 |
| 4 | 0.027 | 0.0273 | 0.0269 | 0.0268 | 0.0264 | 0.0271 | 0.0279 |
| 5 | 0.0538 | 0.0528 | 0.0534 | 0.0537 | 0.0527 | 0.0532 | 0.0521 |
| 3 | 1 | 0.00014 | 0.00013 | 0.00016 | 0.00017 | 0.00017 | 0.00019 | 0.00017 |
| 2 | 0.0025 | 0.0024 | 0.0024 | 0.0024 | 0.0025 | 0.0024 | 0.0024 |
| 3 | 0.0118 | 0.0118 | 0.0121 | 0.012 | 0.012 | 0.012 | 0.012 |
| 4 | 0.028 | 0.028 | 0.0279 | 0.0281 | 0.0281 | 0.028 | 0.0281 |
| 5 | 0.0522 | 0.0522 | 0.0519 | 0.0527 | 0.0523 | 0.0524 | 0.0523 |
| 4 | 1 | 0.00016 | 0.00016 | 0.00018 | 0.00018 | 0.00017 | 0.00016 | 0.00015 |
| 2 | 0.0027 | 0.0026 | 0.0026 | 0.0026 | 0.0026 | 0.0026 | 0.0026 |
| 3 | 0.0111 | 0.0108 | 0.0108 | 0.0109 | 0.011 | 0.0108 | 0.011 |
| 4 | 0.0265 | 0.0264 | 0.0264 | 0.0265 | 0.0265 | 0.0264 | 0.0263 |
| 5 | 0.0529 | 0.0529 | 0.0529 | 0.0527 | 0.0528 | 0.0528 | 0.0528 |
| 5 | 1 | 0.00015 | 0.00015 | 0.00014 | 0.00015 | 0.00016 | 0.00016 | 0.00015 |
| 2 | 0.0027 | 0.0026 | 0.0027 | 0.0027 | 0.0027 | 0.0026 | 0.0026 |
| 3 | 0.0121 | 0.012 | 0.0118 | 0.012 | 0.012 | 0.012 | 0.0119 |
| 4 | 0.0263 | 0.0263 | 0.0261 | 0.0259 | 0.0261 | 0.026 | 0.0257 |
| 5 | 0.0516 | 0.0529 | 0.0519 | 0.0519 | 0.0521 | 0.0514 | 0.0519 |
| 6 | 1 | 0.00015 | 0.00013 | 0.00014 | 0.00013 | 0.00013 | 0.00016 | 0.00015 |
| 2 | 0.0024  | 0.0024  | 0.0027  | 0.0024  | 0.0024  | 0.0025  | 0.0024  |
| 3 | 0.0121  | 0.0121  | 0.0121  | 0.0122  | 0.0121  | 0.0120  | 0.0120  |
| 4 | 0.0270  | 0.0270  | 0.0270  | 0.0269  | 0.0269  | 0.0270  | 0.0271  |
| 5 | 0.0527  | 0.0529  | 0.0528  | 0.0529  | 0.0530  | 0.0527  | 0.0530  |
| 7 | 1 | 0.00021 | 0.00022 | 0.00019 | 0.00019 | 0.00019 | 0.00019 | 0.00019 |
| 2 | 0.0028  | 0.0027  | 0.0028  | 0.0028  | 0.0027  | 0.0027  | 0.0028  |
| 3 | 0.0117  | 0.0117  | 0.0115  | 0.0116  | 0.0117  | 0.0118  | 0.0117  |
| 4 | 0.0267  | 0.0268  | 0.0269  | 0.0267  | 0.0267  | 0.0265  | 0.0267  |
| 5 | 0.0533  | 0.0534  | 0.0533  | 0.0534  | 0.0534  | 0.0534  | 0.0532  |
| 8 | 1 | 0.00016 | 0.00018 | 0.00014 | 0.00015 | 0.00017 | 0.00014 | 0.00015 |
| 2 | 0.0027 | 0.0027 | 0.0027 | 0.0026 | 0.0027 | 0.0027 | 0.0027 |
| 3 | 0.0118 | 0.012 | 0.0121 | 0.0117 | 0.0119 | 0.0121 | 0.0118 |
| 4 | 0.0271 | 0.0271 | 0.0272 | 0.0265 | 0.0269 | 0.0271 | 0.0272 |
| 5 | 0.0541 | 0.0531 | 0.0534 | 0.0531 | 0.0536 | 0.0536 | 0.0535 |
| 9 | 1 | 0.00016 | 0.00016 | 0.00015 | 0.00016 | 0.00016 | 0.00016 | 0.00016 |
| 2 | 0.0027  | 0.0027  | 0.0027  | 0.0026  | 0.0026  | 0.0026  | 0.0026  |
| 3 | 0.0128  | 0.0122  | 0.0127  | 0.0125  | 0.0128  | 0.0129  | 0.0126  |
| 4 | 0.0279  | 0.0270  | 0.0274  | 0.0273  | 0.0275  | 0.0273  | 0.0278  |
| 5 | 0.0548  | 0.0549  | 0.0543  | 0.0544  | 0.0542  | 0.0547  | 0.0548  |
| 10 | 1 | 0.00017 | 0.00015 | 0.00015 | 0.00018 | 0.00015 | 0.00016 | 0.00015 |
| 2 | 0.0027  | 0.0028  | 0.0026  | 0.0027  | 0.0026  | 0.0028  | 0.0029  |
| 3 | 0.0106  | 0.0106  | 0.0110  | 0.0108  | 0.0104  | 0.0099  | 0.0095  |
| 4 | 0.0262  | 0.0266  | 0.0264  | 0.0262  | 0.0255  | 0.0265  | 0.0254  |
| 5 | 0.0532  | 0.0525  | 0.0527  | 0.0520  | 0.0511  | 0.0516  | 0.0517  |
| 11 | 1 | 0.00025 | 0.00032 | 0.00033 | 0.00036 | 0.00026 | 0.00022 | 0.00025 |
| 2 | 0.0025  | 0.0027  | 0.0028  | 0.0026  | 0.0027  | 0.0024  | 0.0029  |
| 3 | 0.0120  | 0.0116  | 0.0115  | 0.0119  | 0.0118  | 0.0121  | 0.0118  |
| 4 | 0.0265  | 0.0281  | 0.0274  | 0.0263  | 0.0269  | 0.0275  | 0.0266  |
| 5 | 0.0527  | 0.0568  | 0.0538  | 0.0549  | 0.0536  | 0.0541  | 0.0533  |
| 12 | 1 | 0.00016 | 0.00024 | 0.00027 | 0.00018 | 0.00022 | 0.00023 | 0.00017 |
| 2 | 0.0025  | 0.0026  | 0.0020  | 0.0023  | 0.0024  | 0.0026  | 0.0024  |
| 3 | 0.0117  | 0.0120  | 0.0113  | 0.0112  | 0.0114  | 0.0124  | 0.0117  |
| 4 | 0.0267  | 0.0273  | 0.0280  | 0.0264  | 0.0266  | 0.0262  | 0.0271  |
| 5 | 0.0533  | 0.0529  | 0.0530  | 0.0531  | 0.0527  | 0.0523  | 0.0528  |
| 13 | 1 | 0.00019 | 0.00014 | 0.00013 | 0.00014 | 0.0002 | 0.00021 | 0.00018 |
| 2 | 0.0027  | 0.0027  | 0.0026  | 0.0026  | 0.0027  | 0.0027  | 0.0027  |
| 3 | 0.0135  | 0.0129  | 0.0134  | 0.0132  | 0.0134  | 0.0134  | 0.0133  |
| 4 | 0.0266  | 0.0266  | 0.0264  | 0.0264  | 0.0266  | 0.0265  | 0.0265  |
| 5 | 0.0541  | 0.0544  | 0.0541  | 0.0545  | 0.0550  | 0.0543  | 0.0546  |
| 14 | 1 | 0.00018 | 0.00019 | 0.00016 | 0.00019 | 0.00017 | 0.00021 | 0.00016 |
| 2 | 0.0025  | 0.0025  | 0.0025  | 0.0025  | 0.0025  | 0.0025  | 0.0025  |
| 3 | 0.0117  | 0.0117  | 0.0117  | 0.0119  | 0.0119  | 0.0117  | 0.0118  |
| 4 | 0.0261  | 0.0262  | 0.0260  | 0.0273  | 0.0276  | 0.0267  | 0.0264  |
| 5 | 0.0509  | 0.0509  | 0.0525  | 0.0519  | 0.0516  | 0.0521  | 0.0515  |
| 15 | 1 | 0.00016 | 0.00012 | 0.00012 | 0.00013 | 0.00012 | 0.00019 | 0.00015 |
| 2 | 0.0027  | 0.0025  | 0.0028  | 0.0027  | 0.0027  | 0.0028  | 0.0027  |
| 3 | 0.0119  | 0.0118  | 0.0120  | 0.0115  | 0.0121  | 0.0120  | 0.0119  |
| 4 | 0.0274  | 0.0276  | 0.0274  | 0.0272  | 0.0275  | 0.0274  | 0.0275  |
| 5 | 0.0540  | 0.0550  | 0.0547  | 0.0533  | 0.0538  | 0.0529  | 0.0534  |
| 16 | 1 | 0.00017 | 0.00014 | 0.00018 | 0.00017 | 0.00015 | 0.00014 | 0.00016 |
| 2 | 0.0027  | 0.0026  | 0.0026  | 0.0028  | 0.0027  | 0.0027  | 0.0027  |
| 3 | 0.0122  | 0.0119  | 0.0123  | 0.0127  | 0.0122  | 0.0127  | 0.0122  |
| 4 | 0.0277  | 0.0278  | 0.0275  | 0.0283  | 0.0281  | 0.0281  | 0.0278  |
| 5 | 0.0564  | 0.0559  | 0.0579  | 0.0564  | 0.0568  | 0.0570  | 0.0567  |
| 17 | 1 | 0.00020  | 0.00020  | 0.00020  | 0.00019  | 0.0002 | 0.0002 | 0.00019 |
| 2 | 0.0024  | 0.0024  | 0.0024  | 0.0024  | 0.0025  | 0.0024  | 0.0024  |
| 3 | 0.0118  | 0.0119  | 0.0119  | 0.0116  | 0.0116  | 0.0119  | 0.0118  |
| 4 | 0.0267  | 0.0264  | 0.0263  | 0.0265  | 0.0265  | 0.0266  | 0.0269  |
| 5 | 0.0531  | 0.0525  | 0.0523  | 0.0531  | 0.0524  | 0.0528  | 0.0526  |
| 18 | 1 | 0.00012 | 0.00014 | 0.00012 | 0.00011 | 0.00013 | 0.00012 | 0.00013 |
| 2 | 0.0025  | 0.0026  | 0.0024  | 0.0027  | 0.0025  | 0.0027  | 0.0026  |
| 3 | 0.0119  | 0.0121  | 0.0119  | 0.0123  | 0.0120  | 0.0121  | 0.0121  |
| 4 | 0.0261  | 0.0260  | 0.0268  | 0.0268  | 0.0267  | 0.0260  | 0.0264  |
| 5 | 0.0522  | 0.0524  | 0.0519  | 0.0519  | 0.0521  | 0.0528  | 0.0530  |
| 19 | 1 | 0.00014 | 0.00014 | 0.00013 | 0.00013 | 0.00014 | 0.00014 | 0.00015 |
| 2 | 0.0026  | 0.0026  | 0.0025  | 0.0026  | 0.0026  | 0.0026  | 0.0026  |
| 3 | 0.0118  | 0.0117  | 0.0116  | 0.0116  | 0.0118  | 0.0116  | 0.0115  |
| 4 | 0.0268  | 0.0264  | 0.0271  | 0.0265  | 0.0270  | 0.0265  | 0.0265  |
| 5 | 0.0538  | 0.0541  | 0.0546  | 0.0541  | 0.0534  | 0.0546  | 0.0537  |
| 20 | 1 | 0.00015 | 0.00016 | 0.00015 | 0.00017 | 0.00016 | 0.00016 | 0.00014 |
| 2 | 0.0028  | 0.0027  | 0.0027  | 0.0030  | 0.0031  | 0.0030  | 0.0031  |
| 3 | 0.0124  | 0.0123  | 0.0122  | 0.0133  | 0.0135  | 0.0133  | 0.0130  |
| 4 | 0.0269  | 0.0265  | 0.0265  | 0.0267  | 0.0264  | 0.0270  | 0.0267  |
| 5 | 0.0563  | 0.0567  | 0.0554  | 0.0556  | 0.0565  | 0.0550  | 0.0558  |
| 21 | 1 | 0.00018 | 0.00015 | 0.00016 | 0.00013 | 0.00017 | 0.00013 | 0.0002 |
| 2 | 0.0026  | 0.0025  | 0.0025  | 0.0026  | 0.0025  | 0.0025  | 0.0026  |
| 3 | 0.0117  | 0.0113  | 0.0114  | 0.0114  | 0.0119  | 0.0117  | 0.0117  |
| 4 | 0.0259  | 0.0264  | 0.0260  | 0.0260  | 0.0259  | 0.0258  | 0.0257  |
| 5 | 0.0527  | 0.0521  | 0.0533  | 0.0519  | 0.0534  | 0.0528  | 0.0522  |
| 22 | 1 | 0.00014 | 0.00013 | 0.00015 | 0.00013 | 0.00014 | 0.00013 | 0.00012 |
| 2 | 0.0024  | 0.0025  | 0.0024  | 0.0023  | 0.0026  | 0.0026  | 0.0024  |
| 3 | 0.0116  | 0.0118  | 0.0121  | 0.0122  | 0.0119  | 0.0122  | 0.0120  |
| 4 | 0.0264  | 0.0266  | 0.0270  | 0.0262  | 0.0272  | 0.0261  | 0.0267  |
| 5 | 0.0523  | 0.0530  | 0.0527  | 0.0527  | 0.0526  | 0.0529  | 0.0523  |
| 23 | 1 | 0.00016 | 0.00019 | 0.00014 | 0.00013 | 0.00013 | 0.00011 | 0.00011 |
| 2 | 0.0027  | 0.0027  | 0.0026  | 0.0026  | 0.0026  | 0.0026  | 0.0026  |
| 3 | 0.0121  | 0.0119  | 0.0122  | 0.0121  | 0.0121  | 0.0121  | 0.0122  |
| 4 | 0.0267  | 0.0268  | 0.0272  | 0.0268  | 0.0270  | 0.0272  | 0.0270  |
| 5 | 0.0534  | 0.0535  | 0.0550  | 0.0539  | 0.0541  | 0.0543  | 0.0543  |