ICS 77.120.01

CCS H 13

YS/T 1115.10—202X

代替YS/T53.1-2010、YS/T 53.2-2010、YS/T53.3-2010

**中华人民共和国有色金属行业标准**

YS

铜、铅、锌原矿和尾矿化学分析方法

第10部分：金、银、钼、砷、钨、铋、镓、锗、铟、硒、碲和铊含量的测定

电感耦合等离子体质谱法

Methods for chemical analysis of copper，lead，zinc ores and tailings—

Part 10：Determination of gold，silver，molybdenum，arsenic，wolfram，bismuth，gallium，germanium，indium，selenium，tellurium，thallium contents—

Inductively coupled plasma mass spectrometry

(草案)

202X-XX-XX实施

202X-XX-XX发布

前 言

中华人民共和国工业和信息化部　发布

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 1115 《铜、铅、锌原矿和尾矿化学分析方法》的第10部分。YS/T 1115已经发布了以下部分：

——第1部分：铜含量的测定 碘量法；

——第2部分：铅和锌含量的测定 Na2EDTA滴定法；

——第3部分：铜、铅、锌、镍、钴、镉、锰、镁和银含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第4部分：硫含量的测定 高频红外吸收法、燃烧中和滴定法和硫酸钡重量法；

——第5部分：磷含量的测定 钼蓝分光光度法；

——第6部分：铜、铅、锌、镍、钴、镉、镁、锰、砷和钼含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第7部分：钼含量的测定 硫氰酸盐分光光度法；

——第8部分：氟含量的测定 离子选择电极法和离子色谱法；

——第9部分：砷含量的测定 氢化物发生原子荧光光谱法和溴酸钾滴定法。

——第10部分：金、银、钼、砷、钨、铋、镓、锗、铟、硒、碲和铊含量的测定 电感耦合等离子体质谱法。

本文件代替YS/T 53.1-2010《铜、铅、锌原矿和尾矿化学分析方法 第1部分：金量的测定 火试金富集-火焰原子吸收光谱法》、YS/T 53.2-2010《铜、铅、锌原矿和尾矿化学分析方法 第2部分：金量的测定 流动注射-8531 纤维微型柱分离富集-火焰原子吸收光谱法》及YS/T 53.3-2010《铜、铅、锌原矿和尾矿化学分析方法 第3部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法》，与YS/T 53.1-2010、YS/T 53.2-2010及YS/T 53.3-2010相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

a)修改标准适用范围、测定元素及其测定范围：标准适用范围由原来的铜、铅、锌原矿和尾矿调整为铜、铅、锌原矿和尾矿，包括铜钼多金属矿；同时，增加了钼、砷、钨、铋、镓、锗、铟、硒、碲、铊含量的测定，测定范围分别为：钼0.0002%～0.10%、砷0.0002%～0.10%、钨0.00008%～0.15%、铋0.0001%～0.20%、镓0.0001%～0.04%、锗 0.00006%～0.10%、铟 0.00001%～0.10%、硒0.00006%～0.10%、碲0.0002%～0.02%、铊0.00003%～0.04%；（见第1章，YS/T53-2010年版的第1章）；

b)修改标准测定方法：标准测定方法由火焰原子吸收光谱法修改为电感耦合等离子体质谱法（见第4章，YS/T53-2010年版的第2章）；

c)根据待测元素的性质，对样品前处理方式进行了优化和完善，以解决样品溶解不完全或挥发损失等问题（见8.4，YS/T53-2010年版的6.4）。

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：北矿检测技术股份有限公司

本文件主要起草人：

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——本文件于1992年首次发布；2010年为第一次修订；

——本次为第二次修订。

引　言

铜、铅、锌原矿主要用于冶金行业，作为冶金行业的原材料，原矿以及经选矿分离后的相应尾矿中除铜外，还存在多种金属元素，包括有益元素如Au、Ag、Ni、Co等；有害元素如As、Sb、Cr、Cd等。为落实“国家标准化发展纲要”，深化标准化改革创新，优化存量标准结构，以着力提升标准质量效益，并统筹标准制定与实施，将YS/T 1115-2016《铜原矿和尾矿化学分析方法（共14部分）》、YS/T 53-2010《铜、铅、锌原矿和尾矿化学分析方法（共3部分）》及YS/T 952-2014《铜钼多金属矿化学分析方法 铜和钼量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》进行整合修订，形成新的《铜、铅、锌原矿和尾矿化学分析方法》系列标准。

YS/T 1115《铜、铅、锌原矿和尾矿化学分析方法》拟由X个部分组成，本文件为第10部分：

——第1部分：铜含量的测定 碘量法；

——第2部分：铅、锌含量的测定 Na2EDTA滴定法；

——第3部分：铜、铅、锌、镍、钴、镉、锰、镁、银含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第4部分：硫含量的测定 高频红外吸收法、燃烧中和滴定法和硫酸钡重量法；

——第5部分：磷含量的测定 钼蓝分光光度法；

——第6部分：铜、铅、锌、镍、钴、镉、镁、锰、砷、钼含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第7部分：钼含量的测定 硫氰酸盐分光光度法；

——第8部分：氟含量的测定 离子选择电极法和离子色谱法；

——第9部分：砷含量的测定 氢化物发生原子荧光光谱法和溴酸钾滴定法。

——第10部分：金、银、钼、砷、钨、铋、镓、锗、铟、硒、碲和铊含量的测定 电感耦合等离子体质谱法。

本文件修订将适用范围拓展至铜、铅、锌原矿和尾矿（含铜钼多金属矿），能够统一和规范行业内铜、铅、锌原矿和尾矿中金、银、钼、砷、钨、铋、镓、锗、铟、硒、碲和铊含量的测定，对指导相关生产和检测具有重要意义。

铜、铅、锌原矿和尾矿化学分析方法

第10部分：金、银、钼、砷、钨、铋、镓、锗、铟、硒、碲和铊含量的测定

电感耦合等离子体质谱法

1 范围

本文件描述了铜、铅、锌原矿和尾矿（包括铜钼多金属矿）中金、银、钼、砷、钨、铋、镓、锗、铟、硒、碲和铊含量的测定方法。

本文件适用于铜、铅、锌原矿和尾矿（包括铜钼多金属矿）中金、银、钼、砷、钨、铋、镓、锗、铟、硒、碲和铊含量的测定。各元素测定范围见表1。

表1 各元素测定范围

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元 素 | *w*x/% | 元 素 | *w*x/% |
| Au | 0.01～8.00 (g/t)  建议调整：0.40～8.00 (g/t) | Ga | 0.0001～0.04 |
| Ag | 0.50～100 (g/t)  建议调整：5.0～200 (g/t) | Ge | 0.00006～0.10 |
| Mo | 0.0002～0.10 | In | 0.00001～0.10 |
| As | 0.0002～0.10 | Se | 0.00006～0.10 |
| W | 0.00008～0.15 | Te | 0.0002～0.02 |
| Bi | 0.0001～0.20 | Tl | 0.00003～0.04  建议调整：0.00003～0.01 |

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。

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试料用盐酸、硝酸、氢氟酸和高氯酸，或盐酸和硝酸，或硝酸和氢氟酸分解，测定金时，试料经配料，高温熔融，融态的金属铅捕集试料中的贵金属形成铅扣，试料中的其他物质与熔剂生成易熔性熔渣。将铅扣灰吹，得金银合粒，清除合粒表面精附杂质，再用硝酸、盐酸溶解。在选定的仪器条件下，以铑为内标元素，采用电感耦合等离子体质谱仪测量被测元素同位素的强度值，根据工作曲线计算各被测元素的质量分数。

5 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂。

5.1 水，GB/T 6682，二级及以上纯度。

5.2 碳酸钠，工业纯。

5.3 氧化铅，含金量不大于0.004 g/t。

5.4 二氧化硅，工业纯。

5.5 硼砂，工业纯。

5.6 硝酸钾，工业纯。

5.7 淀粉，化学纯。

5.8 氯化钠，工业纯。

5.9 盐酸（ρ=1.19 g/mL）。

5.10 硝酸（ρ=1.42 g/mL）。

5.11 氢氟酸（ρ=1.15 g/mL）。

5.12 高氯酸（ρ=1.76 g/mL）。

5.13 盐酸-硝酸混合溶液（盐酸：硝酸=3：1）。

5.14 盐酸（1+19）。

5.15 硝酸银溶液：称取1.0g 银(≥99.99%),置于300 mL 烧杯中，加20 mL 硝酸(5.10),低温加热溶 解至完全，冷却至室温，移入1000 mL 容量瓶中，用20 mL 硝酸(5.10)洗涤烧杯5次，洗液合并入容量 瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg银 。

5.16 标准贮存溶液：金、银、钼、砷、钨、铋、镓、锗、铟、硒、碲、铊、钪、铑、铼采用有效期内有证书的单元素标准贮存溶液，浓度为100μg/mL。

5.17 金标准溶液：移取1.00 mL金标准贮存溶液（5.16）于100 mL容量瓶中，加入5 mL硝酸（5.10），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL分别含1μg金。

5.18 银、钼、砷、钨、铋、镓、锗、铟、硒、碲、铊混合标准溶液：分别移取1.00 mL银、钼、砷、钨、铋、镓、锗、铟、硒、碲、铊标准贮存溶液（5.16）于100 mL容量瓶中，加入5 mL硝酸（5.10），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL分别含1μg银、钼、砷、钨、铋、镓、锗、铟、硒、碲、铊。

5.19 内标钪、铑、铼混合标准溶液A：分别移取1.00 mL钪、铑、铼标准贮存溶液（5.16）于100 mL容量瓶中，加入5 mL硝酸（5.10），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1μg钪、铑、铼。

5.20 内标钪、铑、铼混合标准溶液B: 移取10.00 mL内标钪、铑、铼混合标准溶液A（5.19）于100 mL容量瓶中，加入5 mL硝酸（5.10），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含100ng钪、铑、铼。

5.21 氩气（体积分数≥99.99%）。

6 仪器设备

6.1 电感耦合等离子体质谱仪，且应满足以下条件：

——质量分辨率优于（0.8±0.1）u；

——被测元素推荐质量数见表2。

表2 被测元素推荐质量数

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 同位素质量数 | 元素 | 同位素质量数 |
| Au | 197 | Ga | 71 |
| Ag | 107 | Ge | 74 |
| Mo | 98 | In | 115 |
| As | 75 | Se | 78 |
| W | 182 | Te | 128 |
| Bi | 209 | Tl | 205 |

6.2灰皿(参考尺寸：高35 mm, 顶部内径35 mm, 底部外径40 mm, 孔深约17 mm)。

6.3瓷坩埚：容积30 mL。

6.4箱式高温炉：最高加热温度不低于1350℃。

6.5箱式马弗炉：最高加热温度不低于1100℃。

6.6铁质铸型模。

6.7离心器。

6.8 黏土坩埚：材质为耐火黏土，容积约为300mL。

7 样品

7.1 样品粒度应不大于100 μm。

7.2 样品应于100 ℃～105 ℃烘箱中干燥1 h，并置于干燥器中冷却至室温。

8 试验步骤

8.1 试料

按表3称取试样，精确至0.0001g。

表3 称样量、分取体积及补加盐酸-硝酸混合溶液

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 被测元素 | 被测元素的质量分数  % | 试料量/g | 分取试液体积  mL | 补加盐酸-硝酸混合溶液（5.6）  mL |
| Au | 0.01～2.0 (g/t) | 10 | - | - |
| ＞2.0～8.00 (g/t) | 10 | 5 |
| Ag、Mo、As、W、Bi、Ga、Ge、In、Se、Te、Tl | 0.00003～0.020 | 0.10 | - | - |
| >0.020～0.20 | 10 | 5 |

8.2 平行试验

平行做两份试验。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

8.4 测定

8.4.1 试料预处理

8.4.1.1金量的测定

根据试料的化学组成及试料量，按下表4于坩埚中进行配料并搅匀.覆盖约10 mm厚氯化钠。

表4 火试金富集配料方案

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 方案号 | 试料量/g | 碳酸钠/g | 氧化铅/g | 硼砂/g | 二氧化硅/g | 淀粉/g |
| 1 | 10 | 30 | 100 | 15 | 10 | 4±2 |

将盛有配料的试金坩埚置于预先加热至950℃的箱式高温炉内，关闭炉门，继续加热在45 min～60min内升温至1100℃,再保温15 min, 取出。将坩埚平稳旋动，并在铁板上轻敲(2～3)下， 使附着在坩埚壁上的铅珠下沉，然后将熔融物小心地全部倒入经预热干燥后的铁质铸模中。冷却后，将铅扣锤成方体，称量铅扣量(扣量在25 g～35g为宜)。

将铅扣置于已在950℃预热30min的灰皿内，关闭炉门2 min左右，待熔铅脱膜后，稍开炉门，控温在850℃灰吹至铅扣约2 g 左右时，升温至880℃继续灰吹至尽，将灰皿移至炉口放置1 min, 取出冷却。用镊子将金银合粒从灰皿中取出，刷去粘附杂质，放在钢砧上用小锤打扁。

将锤扁的金银合粒置于30mL 瓷坩埚（6.3）中，加1mL硝酸（5.10）和7mL水（5.1）低温加热溶解，待近干时，加5mL 混合酸（5.13）,低温缓慢溶解至完全，取下冷至室温。按表1移入容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。移入干燥的离心管中，于离心器离心5 min。

8.4.1.2 银、钼、砷、钨、铋、镓、铟、铊量的测定

将试料（8.1）置于250 mL烧杯中，加入2 mL～3mL氢氟酸（5.11）、10 mL硝酸（5.10），加盖表面皿，低温加热5 min～10 min后，取下稍冷，沿杯壁依次加入5 mL盐酸（5.9）、2 mL高氯酸（5.12），加热至试料溶解完全，继续加热至近干，取下稍冷，加入5 mL盐酸-硝酸混合溶液（5.13），加热溶解盐类，取下稍冷，移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

8.4.1.3 硒、碲量的测定

将试料（8.1）置于250 mL烧杯中，加入10 mL硝酸（5.10），加盖表面皿，低温加热5 min～10 min后，取下稍冷，沿杯壁依次加入5 mL盐酸（5.9），加热至试料溶解完全，取下稍冷，用水冲洗表面皿及杯壁，加热溶解盐类，取下稍冷，移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，静置澄清或干过滤。

8.4.1.4 锗量的测定

将试料（8.1）置于250 mL烧杯中，加入10 mL硝酸（5.10），加盖表面皿，低温加热5 min～10 min后，取下稍冷，沿杯壁依次加入5 mL氢氟酸（5.11），加热至试料溶解完全，继续加热至近干，取下稍冷，加入1 mL硝酸（5.10），加热溶解盐类，取下稍冷，补加4mL盐酸（5.9），移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，静置澄清或干过滤。

8.4.2 稀释

按表3分取试液，并补加盐酸-硝酸混合溶液（5.13）于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

8.4.3 测定

在电感耦合等离子体质谱仪上，于选定的各元素的质量数处，测量试液（8.4.1.1～8.4.1.4或8.4.2）及随同试料空白溶液（8.3）中各待测元素的强度，从工作曲线上计算经空白校正的各被测元素的质量浓度。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 分别移取0 mL、0.10mL、1.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL金标准溶液（5.17）于一组100 mL容量瓶中，加入5 mL盐酸-硝酸混合溶液（5.13），用水稀释至刻度，混匀。

8.5.2 分别移取0 mL、0.10mL、1.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL银、钼、砷、钨、铋、镓、锗、铟、硒、碲、铊混合标准溶液（5.18）于一组100 mL容量瓶中，加入5 mL盐酸-硝酸混合溶液（5.13），用水稀释至刻度，混匀。

8.5.3 在选定的仪器工作条件下，于电感耦合等离子体质谱仪测量系列标准溶液（8.5.1及8.5.2）中各被测元素的强度，以各被测元素的质量浓度为横坐标，强度为纵坐标，绘制工作曲线。

9 试验数据处理

被测元素的含量以被测元素的质量分数*wx*，按公式（1） 计算：

….……………………………（1）

式中：

*ρx*——试液中被测元素的质量浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

*ρ*0——空白溶液中被测元素的质量浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）

*V*——试液总体积，单位为毫升（mL）；

*V*2——测定试液的体积，单位为毫升（mL）；

*m*——试料的质量，单位为克（g）；

*V*1——分取试液体积，单位为毫升（mL）。

当质量分数＜0.0010 %时，计算结果保留1位有效数字；质量分数≥0.0010 %时，计算结果保留两位有效数字，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，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数据采用线性内插法或外延法求得。测试的原始数据见附录A。

表4 重复性限（*r*）

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Au/% |  |  |  |  |
| *r*/% |  |  |  |  |
| *wAg*/% |  |  |  |  |
| *r*/% |  |  |  |  |
| *wMo*/% |  |  |  |  |
| *r*/% |  |  |  |  |
| *wAs/%* |  |  |  |  |
| *r*/% |  |  |  |  |
| *wW*/% |  |  |  |  |
| *r*/% |  |  |  |  |
| *w*Bi*/*% |  |  |  |  |
| *r*/% |  |  |  |  |
| *wGa*/% |  |  |  |  |
| *r*/% |  |  |  |  |
| *wGe/%* |  |  |  |  |
| *r*/% |  |  |  |  |
| *wIn/%* |  |  |  |  |
| *r*/% |  |  |  |  |
| *wSe/%* |  |  |  |  |
| *r*/% |  |  |  |  |
| *wTe/%* |  |  |  |  |
| *r*/% |  |  |  |  |
| *wTl/%* |  |  |  |  |
| *r*/% |  |  |  |  |

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，这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。

表5 再现性限（*R*）

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Au/% |  |  |  |  |
| *R* / % |  |  |  |  |
| *wAg*/% |  |  |  |  |
| *R* / % |  |  |  |  |
| *wMo*/% |  |  |  |  |
| *R* / % |  |  |  |  |
| *wAs/%* |  |  |  |  |
| *R* / % |  |  |  |  |
| *wW*/% |  |  |  |  |
| *R* / % |  |  |  |  |
| *w*Bi*/*% |  |  |  |  |
| *R* / % |  |  |  |  |
| *wGa*/% |  |  |  |  |
| *R* / % |  |  |  |  |
| *wGe/%* |  |  |  |  |
| *R* / % |  |  |  |  |
| *wIn/%* |  |  |  |  |
| *R* / % |  |  |  |  |
| *wSe/%* |  |  |  |  |
| *R* / % |  |  |  |  |
| *wTe/%* |  |  |  |  |
| *R* / % |  |  |  |  |
| *wTl/%* |  |  |  |  |
| *R* / % |  |  |  |  |

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；

——测定中观察到的异常现象；

——试验日期。

附录A

（资料性）

精密度试验原始数据

精密度数据是在202X年由X家实验室对金、银、钼、砷、钨、铋、镓、锗、铟、硒、碲和铊含量的X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金、银、钼、砷、钨、铋、镓、锗、铟、硒、碲和铊含量在重复性条件下独立测定7次试验。测定的原始数据见表A.1～A.12。

表A.1金的精密度试验原始数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 实验室 | 水平数 | *w*Au/% | | | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Au | 1 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |

表A.2银的精密度试验原始数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 实验室 | 水平数 | *w*Ag/% | | | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Ag | 1 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |

表A.3钼的精密度试验原始数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 实验室 | 水平数 | *wM*o/% | | | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Mo | 1 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |

表A.4砷的精密度试验原始数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 实验室 | 水平数 | *wAs*/% | | | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| As | 1 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |

表A.5钨的精密度试验原始数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 实验室 | 水平数 | *wW*/% | | | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| W | 1 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |

表A.6铋的精密度试验原始数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 实验室 | 水平数 | *wBi*/% | | | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Bi | 1 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |

表A.7镓的精密度试验原始数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 实验室 | 水平数 | *wGa*/% | | | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Ga | 1 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |

表A.8锗的精密度试验原始数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 实验室 | 水平数 | *wGe*/% | | | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Ge | 1 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |

表A.9铟的精密度试验原始数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 实验室 | 水平数 | *wIn*/% | | | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| In | 1 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |

表A.10硒的精密度试验原始数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 实验室 | 水平数 | *wSe*/% | | | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Se | 1 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |

表A.11碲的精密度试验原始数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 实验室 | 水平数 | *wTe*/% | | | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Te | 1 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |

表A.12铊的精密度试验原始数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 实验室 | 水平数 | *wTl*/% | | | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Tl | 1 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 | 1 |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |  |  |