



中华人民共和国国家标准

GB/T 13748.22-202X
代替 GB/T 13748.22-2013

镁及镁合金化学分析方法 第 22 部分：钍含量的测定

Methods for chemical analysis of magnesium and magnesium alloys—
Part 22: Determination of thorium content

(送审稿)

202X-XX-XX 发布

202X-XX-XX 实施

国家市场监督管理总局发布
国家标准化管理委员会

前 言

本文件是按照 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 13748《镁及镁合金化学分析方法》的第22部分。GB/T 13748已经发布了以下部分：

- 第1部分：铝含量的测定；
- 第2部分：锡含量的测定 邻苯二酚紫分光光度法；
- 第3部分：锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第4部分：锰含量的测定 高碘酸盐分光光度法；
- 第6部分：银含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第7部分：锆含量的测定；
- 第8部分：稀土含量的测定 重量法；
- 第9部分：铁含量测定 邻二氮杂菲分光光度法；
- 第10部分：硅含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第11部分：铍含量的测定 依来铬氰蓝R分光光度法；
- 第12部分：铜含量的测定；
- 第13部分：铅含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第14部分：镍含量的测定 丁二酮肟分光光度法；
- 第15部分：锌含量的测定；
- 第16部分：钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第17部分：钾含量和钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第18部分：氯含量的测定 氯化银浊度法；
- 第19部分：钛含量的测定 二安替比啉甲烷分光光度法；
- 第20部分：元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第21部分：光电直读原子发射光谱分析方法测定元素含量；
- 第22部分：钍含量的测定；
- 第23部分：元素含量的测定 波长色散X射线荧光光谱法；
- 第24部分：痕量杂质元素的测定 辉光放电质谱法。

本文件代替 GB/T 13748.22-2013《镁及镁合金化学分析方法 第22部分：钍含量的测定》，与 GB/T 13748.22-2013 相比，除了结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了重量法中干燥剂“无水高氯酸镁”为“变色硅胶”（见 5.2.2，GB/T 13748.22-2013 的 3.4.4.4）；
- b) 更改了苯甲酸溶液配制方法（见 5.3.6，GB/T 13748.22-2013 的 3.2.6）；
- c) 更改了锆标准溶液的配制方法（见 6.3.7.1，GB/T 13748.22-2013 的 4.2.7.1）；
- d) 更改了操作步骤（见 5.4.4.3，GB/T 13748.22-2013 的 3.4.4.3）；
- e) 更改了操作步骤（见 5.4.4.5，GB/T 13748.22-2013 的 3.4.4.4）；
- f) 更改了“分析结果的计算”为“试验数据处理”，增加了数值修约执行 GB/T 8170（见 5.5、6.5，

GB/T 13748.22-202X

GB/T 13748.22-2013 的 3.5、4.5）。

g) 增加了“精密度”（见5.6、6.6）；

h) 删除了“试验报告”（见GB/T 13748.22-2013的3.6）；

i) 更改了“试验报告”（见第7章，GB/T 13748.22-2013的4.6）。

本文件中“重量法”是仲裁检验方法。

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。

本文件起草单位：中铝检测科技（郑州）有限公司、XXX、XXX。

本文件主要起草人：XXX XXX、XXX。

本文件所代替标准的历次版本发布情况为：

——2013 年首次发布为 GB/T 13748.22-2013；

——本次为第一次修订。

引 言

镁及镁合金是一类重要的轻金属材料，在航空航天、汽车制造、医疗器械、新能源等领域具有广泛应用。GB/T 13748《镁及镁合金化学分析方法》是我国唯一的镁及镁合金化学分析方法标准，对于提高不同实验室间分析检测结果的可靠性和可比性，提升行业内化学分析的技术水平，消除供应商和客户之间因检测结果差异而造成的贸易纠纷起着重要作用。GB/T 13748 覆盖了镁及镁合金中 30 多种元素，包含了分光光度法、滴定法、重量法、原子吸收光谱法、电感耦合等离子体原子发射光谱法、光电直读原子发射光谱法、X 射线荧光光谱法、辉光放电质谱法等多种分析方法，为我国镁及镁合金产品的研发、生产、应用和贸易等提供重要的技术支撑和保障。

GB/T 13748《镁及镁合金化学分析方法》拟由以下部分构成：

- 第1部分：铝含量的测定；
- 第2部分：锡、铍、铜、镍、钛含量的测定 分光光度法；
- 第3部分：锂、银含量的测定 原子吸收光谱法；
- 第4部分：锰、钴含量的测定 分光光度法；
- 第8部分：稀土含量的测定；
- 第9部分：铁、硅含量的测定 分光光度法；
- 第13部分：铅、钙、钾、钠含量的测定 原子吸收光谱法；
- 第15部分：锌含量的测定；
- 第18部分：氯含量的测定 氯化银浊度法；
- 第20部分：元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第21部分：元素含量的测定 光电直读原子发射光谱法；
- 第22部分：钍含量的测定；
- 第23部分：元素含量的测定 波长色散X射线荧光光谱法；
- 第24部分：痕量杂质元素的测定 辉光放电质谱法；
- 第25部分：碳含量的测定 红外吸收法；
- 第26部分：砷含量和汞含量的测定 原子荧光光谱法；
- 第27部分：铬含量的测定。

GB/T 13748.22 给出了镁及镁合金中钍含量的测定，修订中对重量法、滴定法重新进行了验证，通过精密度与准确度试验验证了方法的可行性，给出了方法的精密度。修订后的标准能够满足当前镁及镁合金生产、贸易、分析检测的需求。

镁及镁合金化学分析方法

第 22 部分：钍含量的测定

1 范围

本文件描述了镁合金中钍含量的测定方法。

本文件适用于镁合金中钍含量的测定，测定范围：0.20%~5.00%。

本文件中滴定法不适用于含银的镁合金。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 样品

将样品加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。

5 重量法

5.1 方法概述

试料用盐酸溶解，以苯甲酸盐形式初步分离钍，溶解沉淀物，钍以草酸盐形式再沉淀，灼烧，称量氧化钍的质量，计算钍的质量分数。

5.2 仪器设备

5.2.1 高温炉：温度控制 $950\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.2.2 干燥器：用变色硅胶为干燥剂。

5.3 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 GB/T 6682 规定的三级水。

5.3.1 盐酸羟胺 ($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$)。

5.3.2 氯化铵 (NH_4Cl)。

5.3.3 盐酸 (1+1)：移取 100 mL 盐酸 ($\rho=1.19\text{ g/mL}$ ，优级纯)，用水稀释至 200 mL，混匀。

- 5.3.4 盐酸（1+3）：移取 100 mL 盐酸（ $\rho=1.19\text{ g/mL}$ ，优级纯），用水稀释至 400 mL，混匀。
- 5.3.5 氨水（1+3）：移取 100 mL 氨水（ $\rho=0.91\text{ g/mL}$ ），用水稀释至 400 mL，混匀。
- 5.3.6 苯甲酸溶液（20 g/L）：称取 10 g 苯甲酸（ $\text{C}_6\text{H}_5\text{COOH}$ ）置于 500 mL 烧杯中，微热溶解完全（必要时趁热过滤），稀释至 500 mL，摇匀。用时微热溶解。
- 5.3.7 苯甲酸洗液（2.5 g/L）：称取 1.25 g 苯甲酸（ $\text{C}_6\text{H}_5\text{COOH}$ ）置于 500 mL 烧杯中，微热溶解完全，冷却，稀释至 500 mL，摇匀。必要时过滤。
- 5.3.8 草酸饱和溶液：称取 150 g 草酸于烧杯中，加入 1000mL 水，加热煮沸 1 min，待冷却后，过滤。
- 5.3.9 草酸洗液：移取 70 mL 草酸饱和溶液，用水稀释至 500 mL。
- 5.3.10 溴酚兰溶液（4 g/L）：称取 0.4 g 溴酚兰（ $\text{C}_{19}\text{H}_{10}\text{Br}_4\text{O}_5\text{S}$ ）置于研钵中，加入 8.25 mL 氢氧化钠溶液（5 g/L），研磨至全部溶解，用水移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

5.4 试验步骤

5.4.1 试料

按表 1 称取样品（4），精确至 0.0001 g，记为 m_0 。

表 1 试料量、盐酸用量

钪的质量分数 %	试料量 m_0 g	盐酸(5.3.3)用量 mL
0.20~1.50	5.00	80
>1.50~3.00	3.00	50
>3.00~5.00	2.00	30

5.4.2 平行试验

平行做两份试验。

5.4.3 空白试验

随同试料做空白试验。

5.4.4 测定

5.4.4.1 将试料置于 400 mL 烧杯中，盖上表面皿，加入 50 mL 水，按表 1 分次加入盐酸（5.3.3），剧烈反应停止后，煮沸数分钟，如有不溶物，用中速滤纸过滤，用热水洗涤烧杯和不溶物，把洗涤液并入试液中，通过稀释或蒸发使溶液体积约为 100 mL，冷却。

注 1：分析含银的镁合金时，过滤前在滤纸上铺少量纸浆。

注 2：若样品中含稀土元素，加入 1 g 盐酸羟胺。

5.4.4.2 向溶液加入 3 滴溴酚兰溶液，用氨水（5.3.5）或盐酸（5.3.4）调节溶液变为紫色。加入 10 g 氯化铵，加热煮沸，边搅拌边加入 100 mL 热苯甲酸溶液，继续加热 10 min。静置数分钟（不使其冷却），用中速滤纸过滤，用苯甲酸洗液洗涤沉淀及滤纸 3 次，弃去滤液。

5.4.4.3 分次用 50 mL 沸水把沉淀全部移入原烧杯中，分次用 10 mL 盐酸（5.3.4）和 50 mL 沸水洗涤滤纸，合并滤液，煮沸。取下冷却，洗涤烧杯壁，将溶液稀释至 125 mL，边搅拌边缓慢加入 25 mL 煮沸的草酸饱和溶液，于 80 ℃左右保温 2 h，在室温下静置 12 h（或静置过夜）。

5.4.4.4 用慢速滤纸过滤，用草酸洗液洗涤沉淀 10 次。

5.4.4.5 将滤纸和沉淀置于预先在 950 ℃灼烧恒重的铂坩埚（ m_2 ）中，于高温炉中 500 ℃使滤纸灰化完全，于 950 ℃灼烧 2 h，取出，置于干燥器中冷却 30 min，称量。重复灼烧至恒重（ m_1 ）。

5.5 试验数据处理

钍含量以钍质量分数 w_{Th} 计，数值以质量百分数表示，按公式（1）计算：

$$w_{Th} = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.8788}{m_0} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：
 m_1 ——铂坩埚加上沉淀的质量，单位为克（g）；
 m_2 ——空铂坩埚的质量，单位为克（g）；
 m_0 ——试料的质量，单位为克（g）；
0.8788——氧化钍换算为钍的系数。

当钍的质量分数 < 1.00% 时，计算结果保留三位有效数字；当钍的质量分数 ≥ 1.00% 时，计算结果表示到小数点后三位。数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

5.6 精密度

5.6.1 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，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 ）情况不超过 5%。重复性限（ r ）按表 2 数据采用线性内差法或外延法求得。

表 2 重复性限（ r ）

$w_{Th} / \%$	0.206	0.997	3.995
$r / \%$	0.018	0.045	0.081

5.6.2 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 3 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 3 数据采用线性内差法或外延法求得。

表 3 再现性限（ R ）

$w_{Th} / \%$	0.206	0.997	3.995
$R / \%$	0.033	0.082	0.149

6 滴定法

6.1 方法概述

试料用盐酸溶解，加入盐酸羟胺与铁和钍形成络合物，在约 90 °C 时加入 EDTA 与锆形成络合物。在约 90 °C 的缓冲介质中以二甲苯酚橙为指示剂，用 EDTA 标准溶液滴定钍，记录消耗的 EDTA 标准溶液的体积，计算钍的质量分数。

6.2 仪器设备

- 6.2.1 酸度计，附玻璃电极。
- 6.2.2 机械或磁力搅拌器，配备电炉。

6.3 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 GB/T 6682 规定的三级水。

6.3.1 氨水($\rho = 0.91 \text{ g/mL}$)。

6.3.2 盐酸(1+1)：移取 100 mL 盐酸($\rho = 1.19 \text{ g/mL}$, 优级纯), 用水稀释至 200 mL, 混匀。

6.3.3 盐酸(0.005 mol/L)：移取 10 mL 盐酸(6.3.2), 用水稀释至 1000 mL, 混匀。

6.3.4 氨水(1+4)：移取 100 mL 氨水(6.3.1), 用水稀释至 500 mL, 混匀。

6.3.5 盐酸羟胺溶液(100 g/L)：称取 10 g 盐酸羟胺($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$)溶解于 100 mL 水中。

6.3.6 缓冲溶液：将 80 mL 盐酸(0.25 mol/L)和 500 mL 氯化钾溶液(15 g/L)混合。

6.3.7 锆标准溶液(0.5 g/L)：优先使用有证标准溶液。或按以下方式配制和标定。

6.3.7.1 制备：采用下列方法之一。

——称取 1.7664 g 氯氧化锆($\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$, 优级纯或提纯品)于 400 mL 烧杯中, 加入 50 mL 水, 加入 200 mL 盐酸(6.3.2), 加热溶解完全, 冷却至室温, 移入 1000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

——称取 0.6753 g 二氧化锆(ZrO_2 , 优级纯或提纯品)于铂坩埚中, 加入 4 g 焦硫酸钾, 于 700 °C 熔融 10 min~15 min, 取出冷却, 置于 400 mL 烧杯中, 加入 50 mL 水, 加入 200 mL 盐酸(6.3.2), 加热溶解完全, 冷却至室温, 移入 1000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

6.3.7.2 标定：采用下列方法之一。

——苦杏仁酸重量法：移取 100.00 mL 锆标准溶液(V_1)于 300 mL 烧杯中, 加入约 40 mL 水和 60 mL 盐酸(6.3.2), 煮沸, 加入 50 mL 苦杏仁酸溶液(150 g/L)。在 80 °C 下保温 30 min, 冷却, 用中速滤纸过滤, 用每升含有 40 mL 盐酸溶液(6.3.2)和 50 g 苦杏仁酸的溶液洗涤 6 次~8 次, 将滤纸置于预先恒重的铂坩埚(m_4)中, 烘干、灰化, 在 950 °C~1000 °C 灼烧 2 h~3 h, 取出, 置于干燥器中冷却 30 min, 称量。重复灼烧至恒重(m_3)。按公式(2)计算标准溶液中锆的质量浓度(mg/mL)：

$$\rho_{\text{Zr}} = \frac{(m_3 - m_4) \times 0.7403}{V_1} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

ρ_{Zr} ——锆的质量浓度, 单位为毫克每毫升(mg/mL)；

m_3 ——灼烧后铂坩埚加沉淀的质量, 单位为毫克(mg)；

V_1 ——移取的锆标准溶液体积, 单位为毫升(mL)；

m_4 ——预先恒重的铂坩埚质量, 单位为毫克(mg)；

0.7403——二氧化锆换算为锆的系数。

计算结果保留四位有效数字。数值修约按照 GB/T 8170 的规定进行。

——对 ρ -溴苦杏仁酸重量法：移取 100.00 mL 锆标准溶液(V_1)于 300 mL 烧杯中, 加入约 70 mL 水, 加热至约 80 °C, 边搅拌边缓慢加入 50 mL 对 ρ -溴苦杏仁酸溶液(0.1 mol/L), 在 80 °C 下保温 30 min, 加入 2 mL~3 mL 对 ρ -溴苦杏仁酸溶液(0.1 mol/L)以检查沉淀是否完全, 不停搅拌, 冷却至室温, 用中速滤纸过滤, 用水洗涤 6 次~8 次, 将滤纸置于预先恒重的铂坩埚(m_4)中, 烘干、灰化, 在 950 °C~1000 °C 灼烧 2 h~3 h, 取出, 置于干燥器中冷却 30 min, 称量。重复灼烧至恒重(m_3)。按公式(3)计算标准溶液中锆的质量浓度(mg/mL)：

$$\rho_{\text{Zr}} = \frac{(m_3 - m_4) \times 0.7403}{V_1} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

ρ_{Zr} ——锆的质量浓度, 单位为毫克每毫升(mg/mL)；

m_3 ——灼烧后铂坩埚加沉淀的质量, 单位为毫克(mg)；

V_1 ——移取的锆标准溶液体积, 单位为毫升(mL)；

m_4 ——预先恒重的铂坩埚质量, 单位为毫克(mg)；

0.7403——二氧化锆换算为锆的系数。

计算结果保留四位有效数字。数值修约按照 GB/T 8170 的规定进行。

6.3.8 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准溶液（0.010 mol/L）：优先使用有证标准溶液。或按以下方式配制和标定。

——制备：称取 3.75 g EDTA 溶解于水中（必要时过滤），移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。存于塑料瓶中。

——标定：称取 1.0000 g 镁（ $w_{\text{Mg}} \geq 99.99\%$ ）置于 400 mL 烧杯中，加入 15 mL 水，盖上表面皿，分次加入 30 mL 盐酸（6.3.2），反应停止后，加入 10.00 mL 铅标准溶液，煮沸 5 min。加入 30 mL 盐酸羟胺溶液，用热水稀释至约 200 mL。加热至微沸，加入 1 mL 二甲苯酚橙溶液，再煮沸 2 min~3 min。保持温度不低于 85 °C，用 EDTA 标准溶液滴定至溶液由红色变为黄色，记录消耗的 EDTA 标准溶液的体积（ V_2 ）。为更好地观察溶液变化的终点，可以使用搅拌器把电炉调至 90 °C。将溶液再次煮沸后溶液颜色不应有变化。由于 EDTA 溶液实际浓度可能不是 0.01000 mol/L，采用公式（4）计算校正系数 f ：

$$f = \frac{5.4945}{V_2} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

V_2 ——滴定 10.00 mL 铅标准溶液消耗 EDTA 标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

5.49 ——滴定 5.0 mg 铅所需 EDTA 标准溶液（0.01000 mol/L）的体积，单位为毫升（mL）。

计算结果保留四位有效数字。数值修约按照 GB/T 8170 的规定进行。

注：1mL EDTA 标准溶液（0.01000 mol/L）理论值相当于 0.91 mg 铅，所以 $5.0 \div 0.91 = 5.4945$ 。

6.3.9 二甲苯酚橙溶液（1 g/L）：称取 0.1 g 二甲苯酚橙溶解于水中，稀释至 100 mL，摇匀。

6.4 试验步骤

6.4.1 试料

称取 1.00 g 样品（4），精确至 0.0001 g，记为 m_s 。

6.4.2 平行试验

平行做两份试验。

6.4.3 空白试验

随同试料做空白试验，盐酸（6.3.2）用量为 15 mL。

6.4.4 测定

6.4.4.1 将试料置于 400 mL 烧杯中，加入 15 mL 水，盖上表面皿，分次加入 30 mL 盐酸（6.3.2），剧烈反应停止后，煮沸 5 min。如有不溶物，用中速滤纸过滤，用热盐酸（6.3.3）洗涤烧杯和沉淀各 3 次，洗涤液并入试液中。

6.4.4.2 加入 30 mL 盐酸羟胺溶液，加水使溶液体积约 200 mL，加热至微沸，加入 1 mL 二甲苯酚橙溶液，煮沸 2 min~3 min。

6.4.4.3 保持溶液温度不低于 85 °C，缓慢加入 EDTA 标准溶液，直至溶液从红色变为黄色。为更好地观察滴定终点颜色变化，可用搅拌器并把电炉调至 90 °C。

6.4.4.4 冷却至室温，加入氨水（6.3.1）直至溶液开始变色。缓慢加入氨水（6.3.4），在酸度计上调节溶液 pH 值为 1.6。

6.4.4.5 加入 10 mL 缓冲液使溶液变为红色，煮沸，保持溶液温度不低于 85 °C，立即用 EDTA 标准溶液滴定至溶液由红色变为黄色，记录消耗的 EDTA 标准溶液体积（ V_3 ）。为更好地观察滴定终点颜色变化，可用搅拌器并把电炉调至 90 °C。

注 3：滴定终点时过量加入 2 滴 EDTA 标准溶液，溶液颜色不应有变化。

6.5 试验数据处理

钍含量以钍质量分数 w_{Th} 计，数值以质量百分数表示，按公式（5）计算：

$$w_{Th} = \frac{(V_3 - V_4) \times f \times 2.32}{m_s \times 10^3} \times 100\% \dots\dots\dots (5)$$

- 式中：
- V_3 ——试料消耗 EDTA 标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；
 - V_4 ——随同空白试验消耗 EDTA 标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；
 - f ——EDTA 标准溶液的校正系数，见（6.3.8.2）；
 - m_s ——试料的质量，单位为克（g）；
 - 2.32——1.00 mL EDTA 标准溶液（0.01000 mol/L）相当的钍量，单位为毫克（mg）。

当钍的质量分数<1.00%时，计算结果保留三位有效数字；当钍的质量分数≥1.00%时，计算结果表示到小数点后三位。数值修约按GB/T 8170的规定进行。

6.6 精密度

6.6.1 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，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 ）情况不超过 5%。重复性限（ r ）按表 4 数据采用线性内差法或外延法求得。

表 4 重复性限（ r ）

$w_{Th} / \%$	0.200	1.006	4.005
$r / \%$	0.026	0.051	0.067

6.6.2 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，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 5 数据采用线性内差法或外延法求得。

表 5 再现性限（ R ）

$w_{Th} / \%$	0.200	1.006	4.005
$R / \%$	0.048	0.093	0.123

7 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；
 - 使用的方法（如果文件中包括几个方法）；
 - 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。

