



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 24520—2009

---

## 铸铁和低合金钢 镧、铈和镁含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Cast iron and low alloy steel—  
Determination of lanthanum, cerium and magnesium content—  
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method

2009-10-30 发布

2010-05-01 实施

---

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布  
中国国家标准化管理委员会

## 前 言

本标准的附录 A 为规范性附录,附录 B 为资料性附录。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由全国钢标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位:武汉钢铁(集团)公司研究院。

本标准参加起草单位:钢铁研究总院、宝钢研究院、宝钢检测中心、太钢技术中心、包钢技术中心、首钢技术研究院、山东冶金研究院、济钢技术监督处、邯钢技术中心、南京钢铁公司、中船十二所、武钢质检中心等。

本标准主要起草人:张春兰、曹宏燕、陈士华、张穗忠、闻向东、林亚萍、于录军、卢文琪。

# 铸铁和低合金钢 镧、铈和镁含量的测定

## 电感耦合等离子体原子发射光谱法

### 1 范围

本标准规定了用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定镧、铈和镁的方法。

本方法适用于铸铁和低合金钢中镧、铈和镁含量的测定。测量范围(质量分数):镧,0.002%~0.10%;铈,0.005%~0.15%;镁,0.003%~0.15%。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6379.1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第1部分:总则与定义(GB/T 6379.1—2004,ISO 5725-1:1994,IDT)

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法(GB/T 6379.2—2004,ISO 5725-2:1994,IDT)

GB/T 20066 钢和铁 化学成分测定用试样的取样和制样方法(GB/T 20066—2006,ISO 14284:1996,IDT)

### 3 原理

试剂用盐酸、硝酸混合酸分解,高氯酸冒烟,以混合酸溶解盐类,试液稀释至一定体积,于过滤。在电感耦合等离子体原子发射光谱仪上,于所推荐的波长或其他合适的波长处测量试液中分析元素的发射光谱强度,由校准曲线计算镧、铈和镁的质量分数。

### 4 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二次蒸馏水或相当纯度的水。

4.1 高纯铁,镧、铈、镁质量分数均小于0.0002%。

4.2 盐酸, $\rho$ 约1.19 g/mL

4.3 硝酸, $\rho$ 约1.42 g/mL

4.4 盐酸-硝酸混合酸,1+1+2

4.5 高氯酸, $\rho$ 约1.67 g/mL

4.6 过氧化氢, $\rho$ 约1.10 g/mL

4.7 镧标准溶液

4.7.1 镧储备溶液,1.00 mg/mL

称取1.1728 g预先于850℃灼烧30 min并冷却至室温的三氧化二镧(质量分数大于99.95%)于250 mL烧杯中,加30 mL盐酸(4.2),加热溶解。冷却至室温,移入1000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

此溶液1 mL含1.00 mg镧。

4.7.2 镧标准溶液,50.0  $\mu$ g/mL

分取 25.00 mL 镧储备溶液(4.7.1)于 500 mL 容量瓶中,加 5 mL 盐酸(4.2),用水稀释至刻度,混匀。

此溶液 1 mL 含 50.0  $\mu\text{g}$  镧。

#### 4.8 铈标准溶液

##### 4.8.1 铈储备溶液,1.00 mg/mL

称取 1.228 4 g 预先于 850  $^{\circ}\text{C}$  灼烧 30 min 并冷却至室温的二氧化铈(质量分数大于 99.95%)于 250 mL 烧杯中,加 30 mL 硝酸(4.3),2 mL 过氧化氢(4.6),加热至溶解完全,煮沸分解过量的过氧化氢。冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

此溶液 1 mL 含 1.00 mg 铈。

##### 4.8.2 铈标准溶液,50.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$

分取 25.00 mL 铈储备溶液(4.8.1)于 500 mL 容量瓶中,加 5 mL 盐酸(4.2),用水稀释至刻度,混匀。

此溶液 1 mL 含 50.0  $\mu\text{g}$  铈。

#### 4.9 镁标准溶液

##### 4.9.1 镁储备溶液,1.00 mg/mL

称取 1.658 3 g 预先于 850  $^{\circ}\text{C}$  灼烧 30 min 并于干燥器中冷却至室温的高纯氧化镁(质量分数大于 99.95%)于 250 mL 烧杯中,加 20 mL 水,混匀。盖上表皿,加 20 mL 盐酸(4.2),低温加热溶解。冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

此溶液 1 mL 含 1.00 mg 镁。

##### 4.9.2 镁标准溶液,50.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$

分取 25.00 mL 镁储备溶液(4.9.1)于 500 mL 容量瓶中,加 5 mL 盐酸(4.2),用水稀释至刻度,混匀。

此溶液 1 mL 含 50.0  $\mu\text{g}$  镁。

#### 4.10 镧、铈和镁混合标准溶液

分取 25.00 mL 镧储备溶液(4.7.1)、25.00 mL 铈储备溶液(4.8.1)和 25.00 mL 镁储备溶液(4.9.1)于 500 mL 容量瓶中,加 10 mL 盐酸(4.2),用水稀释至刻度,混匀。

此溶液 1 mL 含 50.0  $\mu\text{g}$  镧、铈和镁。

### 5 仪器

通常的实验室设备和电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

电感耦合等离子体原子发射光谱仪可以是同时测量型,也可以是顺序测量型。

#### 5.1 分析线

本标准不指定特殊的分析线。实验室应根据灵敏度和谱线干扰等情况,选择合适的分析线和扣背景位置。

表 1 为推荐的镧、铈和镁分析线,根据不同的仪器也可采用其他合适的波长。

表 1 推荐分析线

| 分析元素 | 分析线波长/nm | 可能的干扰元素 | BEC/(mg/L) | DL/(mg/L) |
|------|----------|---------|------------|-----------|
| 镧    | 408.671  | Fe      | 0.1        | 0.01      |
|      | 398.852  | Th      | 0.1        | 0.01      |
| 铈    | 418.660  | Fe      | 0.4        | 0.04      |
| 镁    | 279.553  | —       | 0.1        | 0.01      |
|      | 280.270  | Cr、V、Ti | 0.1        | 0.01      |

## 5.2 光谱仪的实际分辨率(见附录 A 中 A.1)

每条分析谱线的半峰宽应不大于 0.030 nm。

## 5.3 短期稳定性

连续测量校准曲线溶液分析元素的光谱强度 10 次,计算测量的相对标准偏差(RSD)。通常对浓度 5  $\mu\text{g/mL}$  的溶液,要求其相对标准偏差不超过 1.0%。

## 5.4 长期稳定性

在 3 h 中,每隔 30 min 测量校准曲线溶液分析元素的光谱强度 3 次,得到 7 个测量平均值。计算 7 个测量平均值的相对标准偏差(RSD)。通常对浓度 5  $\mu\text{g/mL}$  的溶液,其相对标准偏差不超过 2.0%。

## 5.5 背景等效浓度和检测限(见附录 A 中 A.2)

按附录 A 中 A.2 测量校准溶液的光谱强度,计算测量元素的背景等效浓度(BEC)和检测限(DL),其结果应低于表 1 所列数值。

## 5.6 校准曲线的线性

检查校准曲线的线性,其相关系数应大于 0.999。

## 6 取制样

按 GB/T 20066 或其他适当国家标准取制样。

## 7 分析步骤

### 7.1 试料量

称取 0.50 g 试样,精确至 0.000 1 g。

### 7.2 空白试验(相当于校准曲线的零浓度溶液)

称取 0.470 g 高纯铁(4.1),随同试料作空白试验。

### 7.3 试料溶液的制备

将试料置于 100 mL 烧杯中,加 15 mL 盐酸-硝酸混合酸(4.4),盖上表皿,缓缓加热至试料溶解完全,加 5 mL 高氯酸(4.5),加热冒高氯酸烟,继续加热冒烟至试液体积 1 mL~2 mL。冷却,加 10 mL 盐酸-硝酸混合酸(4.4),加 20 mL 水,温热溶解盐类,冷却至室温。将试液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。测量前试液用中速滤纸干过滤,弃去最初的 10 mL 滤液。

### 7.4 校准曲线溶液的制备

称取 0.470 g 高纯铁 8 份分别置于 8 个 100 mL 烧杯中,按 7.2 分析步骤操作将纯铁分解,冷却至室温,将试液分别移入 100 mL 容量瓶中。按表 2 加入分析元素的标准溶液或混合标准溶液,用水稀释至刻度,混匀。

表 2 绘制校准曲线的标准溶液

| 分析元素 | 标准溶液  | 加入标准溶液的体积/mL |      |      |      |      |      |       |       | 相应试料中分析元素的质量分数/% |
|------|-------|--------------|------|------|------|------|------|-------|-------|------------------|
|      |       | 0            | 0.20 | 0.50 | 1.00 | 2.00 | 5.00 | 10.00 | 15.00 |                  |
| 铜    | 4.7.2 | 0            | 0.20 | 0.50 | 1.00 | 2.00 | 5.00 | 10.00 | —     | 0%~0.10%         |
| 铈    | 4.8.2 | 0            | —    | 0.50 | 1.00 | 2.00 | 5.00 | 10.00 | 15.00 | 0%~0.15%         |
| 镁    | 4.9.2 | 0            | 0.20 | 0.50 | 1.00 | 2.00 | 5.00 | 10.00 | 15.00 | 0%~0.15%         |

## 7.5 测量

### 7.5.1 仪器准备

开启 ICP 光谱仪,预热 1 h 以上。

按照仪器操作说明对仪器工作条件进行优化,选择合适的测量条件(如氩气压力和流速、观测高度、入射狭缝、出射狭缝、检测器的增益、分析线、冲洗时间、测量时间等)。

准备校准曲线绘制、测量及统计计算等软件。

开启等离子炬点火键,点火后确认仪器运行参数在正常范围内,雾化系统及等离子火焰工作正常,稳定 15 min 以上。

检查 5.2~5.5 中给出的各项仪器性能要求。

7.5.2 校准曲线溶液的测量和校准曲线的绘制

于 ICP 光谱仪上,测量各校准曲线溶液(7.4)中镧、铈和镁的光谱强度,每个溶液重复测量 2 次~3 次,计算其平均值。以各光谱强度平均值减去零浓度光谱强度平均值为纵坐标,校准曲线溶液的浓度为横坐标,分别绘制镧、铈和镁的校准曲线。

计算校准曲线的相关系数,相关系数应符合 5.6 的要求。

7.5.3 试料溶液的测定

测量试料溶液(7.3)中镧、铈和镁的光谱强度,重复测量 2 次~3 次,计算其平均值。其光谱强度平均值减去空白试验溶液光谱强度的平均值为净光谱强度。

8 分析结果的计算

根据校准曲线(7.5.2),将净光谱强度转化为试液中镧、铈和镁的浓度,以  $\mu\text{g/mL}$  表示。

试料中镧、铈和镁的含量以质量分数  $w_M$  计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_M = \frac{\rho_M \times V}{m \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$\rho_M$ ——试液中镧、铈和镁浓度的数值,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$V$ ——被测试液体积的数值,单位为毫升(mL);

$m$ ——试料质量的数值,单位为克(g)。

9 精密度

本标准的精密度数据是在 2008 年由 14 个实验室对镧 5 个水平、铈 6 个水平和镁 6 个水平的样品进行共同试验,每个实验室对每个水平的样品在 GB/T 6379.1 规定的重复性条件下测定 3 次。原始数据(参见附录 B)按 GB/T 6379.2 进行统计分析,所确定的精密度见表 3。

表 3 精密度

| 元素                           | 含量范围(质量分数)/% | 重复性限 $r$                             | 再现性限 $R$                             |
|------------------------------|--------------|--------------------------------------|--------------------------------------|
| 镧                            | 0.002~0.10   | $\lg r = -1.882\ 5 + 0.602\ 7 \lg m$ | $\lg R = -1.482\ 3 + 0.668\ 1 \lg m$ |
| 铈                            | 0.005~0.15   | $r = 0.000\ 55 + 0.026\ 85\ m$       | $\lg R = -1.542\ 0 + 0.578\ 7 \lg m$ |
| 镁                            | 0.003~0.15   | $\lg r = -1.897\ 3 + 0.551\ 4 \lg m$ | $\lg R = -1.679\ 8 + 0.513\ 0 \lg m$ |
| 式中:<br>$m$ 是两个测定值的平均值(质量分数)。 |              |                                      |                                      |

重复性限( $r$ )、再现性限( $R$ )按表 3 给出的方程求得。

在重复性条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于重复性限( $r$ ),以大于重复性限( $r$ )的情况不超过 5%为前提;

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( $R$ ),以大于再现性限( $R$ )的情况不超过 5%为前提。

10 试验报告

试验报告应包括下列信息:

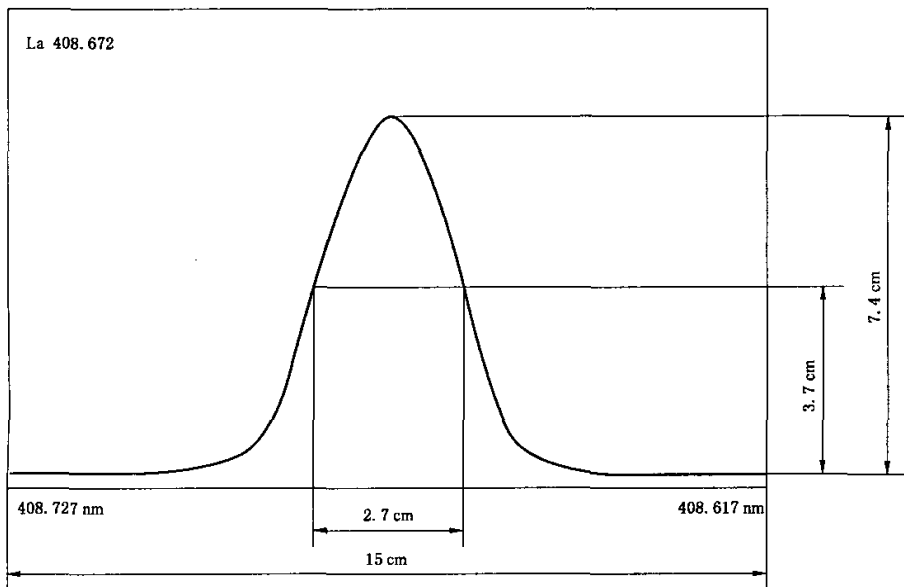
- a) 识别样品、实验室和试验日期所需的全部资料；
- b) 引用标准；
- c) 结果及其表示；
- d) 采用的分析谱线；
- e) 测定中发现的异常现象；
- f) 对结果可能产生影响的而在本标准中没有规定的任何操作。

**附录 A**  
(规范性附录)  
**测定仪器性能的操作**

制定电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)分析标准方法,应由工作组负责根据实验室间试验结果确定仪器性能规范的值。

**A.1 光谱仪实际分辨率**

发射光谱的分辨率通常用其波长扫描图形的半峰宽表示,即测定峰高一半处的峰宽,用纳米表示。图 A.1 表示镱 408.672 nm 波长的实际分辨率。



$$\text{分辨率} = (408.727 - 408.617) \times \frac{2.7}{15} = 0.020 \text{ nm}$$

图 A.1 实际分辨率计算图例

**A.2 背景等效浓度和检测限**

制备 3 份溶液,含待测物浓度分别为:0 浓度水平,10 倍检测限,1 000 倍检测限。这些溶液含有与待测样品相似浓度的酸、溶剂、基体元素。

对待测元素设定合适的操作条件。

喷入 1 000 倍检测限溶液,在溶液进入等离子体后等待 10 s,以保证稳定雾化,

仔细地将选择的波长定位在其最高峰处,选择适当的测量条件,以保证测量的光谱强度有 4 位有效数字。设定积分时间为 3 s。

**A.2.1 确定检测限**

喷入空白试液约 10 s,以预设积分时间测定 10 次。

喷入 10 倍检测限溶液 10 s,以预设积分时间测定 10 次。

由空白试液和 10 倍检测液得到的光谱强度读数,计算空白试液平均强度  $\bar{X}_b$ , 10 倍检测限溶液平



均强度  $\bar{X}_1$  和空白试液的标准偏差  $S_b$ 。

按式(B.1)计算 10 倍检测限溶液的净平均强度  $\bar{X}_{n1}$ ：

$$\bar{X}_{n1} = \bar{X} - \bar{X}_b \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

按式(B.2)计算测量元素的检测限(DL)：

$$DL = 3S_b \times \frac{\rho_1}{\bar{X}_{n1}} \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

$\rho_1$ ——10 倍检测限的浓度，单位为微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )。

应当指出，由于重复测量次数有限，按这种方法计算出的检测限误差范围较宽。

#### A.2.2 背景等效浓度的测定

按式(B.3)计算背景等效浓度(BEC)：

$$BEC = \frac{\bar{X}_b}{\bar{X}_{n1}} \times \rho_1 \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

附录 B  
(资料性附录)

电感耦合等离子体原子发射光谱法测定铜、钕、镁含量的精密度试验原始数据

2008 年有 14 个实验室对 5~6 个铸铁和低合金钢样品进行精密度共同试验,测量的原始数据见表 B.1~表 B.3。

表 B.1 铜含量测定的精密度试验原始数据

| 实验室 | 铜含量(质量分数)/% |         |          |         |         |
|-----|-------------|---------|----------|---------|---------|
|     | 水平 1        | 水平 2    | 水平 3     | 水平 4    | 水平 5    |
| 1   | 0.012 4     | 0.041 2 | 0.002 87 | 0.023 2 | 0.094 3 |
|     | 0.012 6     | 0.041 4 | 0.002 89 | 0.022 8 | 0.094 2 |
|     | 0.012 6     | 0.041 6 | 0.002 81 | 0.023 5 | 0.093 8 |
| 2   | 0.011 8     | 0.037 6 | 0.002 82 | 0.024 6 | 0.093 9 |
|     | 0.011 9     | 0.037 7 | 0.002 55 | 0.024 4 | 0.093 8 |
|     | 0.011 7     | 0.037 9 | 0.002 64 | 0.024 4 | 0.094 1 |
| 3   | 0.012 0     | 0.039 4 | 0.003 10 | 0.023 0 | 0.091 0 |
|     | 0.011 5     | 0.040 2 | 0.003 00 | 0.025 0 | 0.094 0 |
|     | 0.012 5     | 0.041 6 | 0.002 90 | 0.026 0 | 0.093 0 |
| 4   | 0.012 0     | 0.039 3 | 0.002 54 | 0.022 5 | 0.094 0 |
|     | 0.012 4     | 0.038 2 | 0.002 49 | 0.023 1 | 0.093 1 |
|     | 0.011 6     | 0.039 2 | 0.002 51 | 0.023 1 | 0.092 3 |
| 5   | 0.012 5     | 0.041 1 | 0.003 20 | 0.024 1 | 0.092 1 |
|     | 0.012 6     | 0.041 0 | 0.003 00 | 0.024 5 | 0.092 9 |
|     | 0.012 6     | 0.040 7 | 0.002 80 | 0.024 2 | 0.092 1 |
| 6   | 0.011 7     | 0.039 9 | 0.002 70 | 0.022 4 | 0.092 5 |
|     | 0.012 2     | 0.040 2 | 0.002 80 | 0.021 8 | 0.092 5 |
|     | 0.011 5     | 0.038 8 | 0.002 50 | 0.021 3 | 0.090 0 |
| 7   | 0.013 2     | 0.039 5 | 0.002 80 | 0.020 6 | 0.095 4 |
|     | 0.013 4     | 0.040 5 | 0.002 90 | 0.021 5 | 0.096 3 |
|     | 0.013 6     | 0.041 1 | 0.003 20 | 0.021 8 | 0.097 7 |
| 8   | 0.012 5     | 0.037 7 | 0.002 84 | 0.022 6 | 0.091 6 |
|     | 0.011 8     | 0.037 4 | 0.002 68 | 0.023 9 | 0.093 7 |
|     | 0.012 2     | 0.037 3 | 0.002 67 | 0.024 5 | 0.091 9 |
| 9   | 0.012 4     | 0.039 9 | 0.0026 0 | 0.024 5 | 0.093 2 |
|     | 0.012 8     | 0.040 6 | 0.002 65 | 0.025 0 | 0.094 0 |
|     | 0.013 0     | 0.040 9 | 0.002 72 | 0.025 6 | 0.094 8 |
| 10  | 0.012 3     | 0.039 4 | 0.002 70 | 0.022 8 | 0.092 4 |
|     | 0.012 8     | 0.041 4 | 0.002 80 | 0.023 2 | 0.093 4 |
|     | 0.012 2     | 0.041 1 | 0.002 40 | 0.022 6 | 0.093 0 |
| 11  | 0.012 3     | 0.039 3 | 0.002 70 | 0.023 6 | 0.093 5 |
|     | 0.012 2     | 0.041 8 | 0.002 80 | 0.025 0 | 0.092 9 |
|     | 0.012 3     | 0.040 0 | 0.002 60 | 0.023 2 | 0.094 7 |
| 12  | 0.012 3     | 0.036 9 | 0.003 11 | 0.020 1 | 0.093 1 |
|     | 0.011 7     | 0.037 4 | 0.003 32 | 0.021 1 | 0.095 4 |
|     | 0.012 6     | 0.038 5 | 0.003 24 | 0.019 1 | 0.095 6 |
| 13  | 0.012 7     | 0.038 5 | 0.0027 4 | 0.023 5 | 0.090 0 |
|     | 0.012 8     | 0.039 0 | 0.002 70 | 0.023 6 | 0.090 5 |
|     | 0.012 6     | 0.038 5 | 0.002 84 | 0.023 0 | 0.090 7 |
| 14  | 0.012 5     | 0.037 4 | 0.002 91 | 0.023 3 | 0.089 9 |
|     | 0.012 4     | 0.037 1 | 0.002 84 | 0.023 1 | 0.089 6 |
|     | 0.012 7     | 0.037 3 | 0.002 85 | 0.023 5 | 0.090 1 |

表 B.2 铈含量测定的精密度试验原始数据

| 实验室 | 铈含量(质量分数)/% |       |         |         |         |          |
|-----|-------------|-------|---------|---------|---------|----------|
|     | 水平 1        | 水平 2  | 水平 3    | 水平 4    | 水平 5    | 水平 6     |
| 1   | 0.019 5     | 0.136 | 0.039 1 | 0.067 3 | 0.087 5 | 0.005 45 |
|     | 0.019 3     | 0.137 | 0.038 5 | 0.067 1 | 0.087 4 | 0.005 41 |
|     | 0.019 2     | 0.137 | 0.038 7 | 0.066 7 | 0.087 0 | 0.005 24 |
| 2   | 0.017 3     | 0.132 | 0.034 6 | 0.061 5 | 0.089 1 | 0.004 23 |
|     | 0.017 4     | 0.132 | 0.034 5 | 0.061 8 | 0.088 9 | 0.004 66 |
|     | 0.017 6     | 0.131 | 0.034 6 | 0.062 0 | 0.088 5 | 0.004 52 |
| 3   | 0.018 0     | 0.138 | 0.036 0 | 0.064 0 | 0.087 0 | 0.004 22 |
|     | 0.019 0     | 0.135 | 0.036 0 | 0.065 0 | 0.086 0 | 0.004 50 |
|     | 0.018 0     | 0.138 | 0.037 0 | 0.065 0 | 0.086 0 | 0.004 40 |
| 4   | 0.018 3     | 0.134 | 0.037 0 | 0.063 9 | 0.087 4 | 0.005 27 |
|     | 0.018 6     | 0.134 | 0.036 9 | 0.064 7 | 0.088 4 | 0.005 28 |
|     | 0.018 8     | 0.135 | 0.037 6 | 0.064 4 | 0.088 7 | 0.005 13 |
| 5   | 0.019 0     | 0.139 | 0.036 6 | 0.065 6 | 0.094 3 | 0.005 30 |
|     | 0.019 6     | 0.139 | 0.038 1 | 0.065 1 | 0.094 4 | 0.005 80 |
|     | 0.019 3     | 0.138 | 0.038 9 | 0.064 8 | 0.093 7 | 0.004 90 |
| 6   | 0.018 6     | 0.135 | 0.035 9 | 0.059 6 | 0.084 1 | 0.004 60 |
|     | 0.019 0     | 0.131 | 0.036 0 | 0.061 3 | 0.086 3 | 0.005 10 |
|     | 0.017 8     | 0.138 | 0.034 8 | 0.059 3 | 0.083 1 | 0.004 30 |
| 7   | 0.019 6     | 0.134 | 0.035 0 | 0.064 8 | 0.087 2 | 0.004 30 |
|     | 0.020 3     | 0.136 | 0.036 8 | 0.066 7 | 0.088 7 | 0.004 50 |
|     | 0.020 7     | 0.139 | 0.037 5 | 0.068 5 | 0.089 0 | 0.004 60 |
| 8   | 0.019 2     | 0.129 | 0.034 4 | 0.063 0 | 0.093 6 | 0.005 65 |
|     | 0.018 9     | 0.130 | 0.035 4 | 0.062 9 | 0.094 7 | 0.005 38 |
|     | 0.018 9     | 0.131 | 0.036 0 | 0.062 4 | 0.092 7 | 0.005 37 |
| 9   | 0.018 7     | 0.136 | 0.036 1 | 0.066 4 | 0.088 6 | 0.005 31 |
|     | 0.016 9     | 0.139 | 0.036 9 | 0.065 8 | 0.087 7 | 0.005 45 |
|     | 0.017 8     | 0.132 | 0.037 4 | 0.066 1 | 0.089 1 | 0.005 45 |
| 10  | 0.019 2     | 0.138 | 0.037 5 | 0.063 2 | 0.088 6 | 0.005 00 |
|     | 0.019 5     | 0.140 | 0.037 9 | 0.064 3 | 0.087 7 | 0.005 40 |
|     | 0.019 9     | 0.135 | 0.038 1 | 0.064 0 | 0.089 9 | 0.005 30 |
| 11  | 0.020 3     | 0.137 | 0.039 0 | 0.064 3 | 0.090 3 | 0.005 80 |
|     | 0.020 1     | 0.139 | 0.039 8 | 0.065 2 | 0.089 8 | 0.006 00 |
|     | 0.020 0     | 0.135 | 0.039 7 | 0.064 5 | 0.089 6 | 0.005 70 |
| 12  | 0.021 1     | 0.132 | 0.035 2 | 0.065 5 | 0.093 8 | —        |
|     | 0.019 8     | 0.134 | 0.036 2 | 0.066 6 | 0.094 2 | —        |
|     | 0.020 8     | 0.136 | 0.035 3 | 0.064 5 | 0.093 2 | —        |
| 13  | 0.018 6     | 0.134 | 0.036 6 | 0.064 9 | 0.086 5 | 0.005 25 |
|     | 0.018 8     | 0.135 | 0.035 9 | 0.065 0 | 0.087 0 | 0.005 02 |
|     | 0.018 1     | 0.136 | 0.035 8 | 0.065 6 | 0.086 6 | 0.005 51 |
| 14  | 0.018 4     | 0.133 | 0.034 7 | 0.064 5 | 0.085 1 | 0.005 32 |
|     | 0.018 7     | 0.131 | 0.034 9 | 0.064 1 | 0.085 4 | 0.005 39 |
|     | 0.018 5     | 0.134 | 0.035 0 | 0.064 5 | 0.085 8 | 0.005 29 |

表 B.3 镁含量测定的精密度试验原始数据

| 实验室 | 镁含量(质量分数)/% |          |       |         |         |         |
|-----|-------------|----------|-------|---------|---------|---------|
|     | 水平 1        | 水平 2     | 水平 3  | 水平 4    | 水平 5    | 水平 6    |
| 1   | 0.108       | 0.004 11 | 0.146 | 0.033 0 | 0.067 3 | 0.017 2 |
|     | 0.106       | 0.004 12 | 0.149 | 0.033 6 | 0.067 1 | 0.017 3 |
|     | 0.107       | 0.004 16 | 0.149 | 0.034 0 | 0.066 7 | 0.017 7 |
| 2   | 0.112       | 0.004 14 | 0.152 | 0.031 9 | 0.062 7 | 0.015 8 |
|     | 0.111       | 0.004 12 | 0.151 | 0.031 6 | 0.063 2 | 0.015 6 |
|     | 0.112       | 0.004 10 | 0.150 | 0.031 6 | 0.063 5 | 0.016 0 |
| 3   | 0.108       | 0.003 40 | 0.155 | 0.034 0 | 0.062 0 | 0.016 0 |
|     | 0.109       | 0.003 50 | 0.153 | 0.032 0 | 0.064 0 | 0.018 0 |
|     | 0.106       | 0.003 70 | 0.153 | 0.032 0 | 0.065 0 | 0.015 0 |
| 4   | 0.103       | 0.003 53 | 0.153 | 0.031 9 | 0.059 4 | 0.015 6 |
|     | 0.104       | 0.003 89 | 0.154 | 0.031 7 | 0.060 9 | 0.015 6 |
|     | 0.103       | 0.003 67 | 0.155 | 0.031 7 | 0.061 5 | 0.016 8 |
| 5   | 0.108       | 0.004 40 | 0.149 | 0.032 2 | 0.061 1 | 0.016 1 |
|     | 0.109       | 0.004 00 | 0.150 | 0.032 1 | 0.058 9 | 0.016 2 |
|     | 0.108       | 0.003 90 | 0.149 | 0.031 8 | 0.058 5 | 0.016 8 |
| 6   | 0.111       | —        | 0.157 | 0.033 3 | 0.061 4 | 0.017 0 |
|     | 0.110       | —        | 0.154 | 0.032 8 | 0.061 3 | 0.016 9 |
|     | 0.108       | —        | 0.153 | 0.032 0 | 0.059 6 | 0.016 1 |
| 7   | 0.104       | 0.004 30 | 0.153 | 0.032 2 | 0.060 5 | 0.015 8 |
|     | 0.108       | 0.004 60 | 0.154 | 0.033 3 | 0.061 8 | 0.016 2 |
|     | 0.106       | 0.004 80 | 0.153 | 0.034 0 | 0.062 4 | 0.017 1 |
| 8   | 0.100       | 0.003 97 | 0.154 | 0.032 0 | 0.059 1 | 0.015 7 |
|     | 0.101       | 0.004 07 | 0.153 | 0.031 9 | 0.059 4 | 0.016 4 |
|     | 0.102       | 0.004 10 | 0.154 | 0.031 2 | 0.059 4 | 0.016 0 |
| 9   | 0.108       | 0.003 32 | 0.152 | 0.032 1 | 0.061 2 | 0.016 8 |
|     | 0.106       | 0.003 50 | 0.155 | 0.031 6 | 0.061 1 | 0.015 7 |
|     | 0.104       | 0.003 61 | 0.153 | 0.032 5 | 0.062 2 | 0.016 3 |
| 10  | 0.108       | 0.003 60 | 0.152 | 0.032 2 | 0.061 3 | 0.016 1 |
|     | 0.106       | 0.003 30 | 0.151 | 0.031 6 | 0.062 6 | 0.015 6 |
|     | 0.105       | 0.003 70 | 0.150 | 0.031 3 | 0.061 0 | 0.015 0 |
| 11  | 0.108       | 0.003 60 | 0.151 | 0.032 8 | 0.062 2 | 0.015 8 |
|     | 0.106       | 0.003 80 | 0.152 | 0.032 1 | 0.063 2 | 0.014 7 |
|     | 0.104       | 0.003 40 | 0.155 | 0.033 5 | 0.061 5 | 0.015 5 |
| 12  | 0.104       | 0.003 51 | 0.154 | 0.034 1 | 0.062 8 | 0.014 6 |
|     | 0.107       | 0.003 22 | 0.155 | 0.032 9 | 0.062 4 | 0.014 2 |
|     | 0.106       | 0.003 41 | 0.157 | 0.031 7 | 0.063 5 | 0.016 0 |
| 13  | 0.107       | 0.003 08 | 0.150 | 0.031 0 | 0.062 2 | 0.016 5 |
|     | 0.108       | 0.002 98 | 0.150 | 0.032 9 | 0.061 5 | 0.016 1 |
|     | 0.106       | 0.003 18 | 0.148 | 0.031 5 | 0.061 0 | 0.016 0 |
| 14  | 0.105       | 0.003 10 | 0.155 | 0.029 6 | 0.060 3 | 0.017 1 |
|     | 0.103       | 0.002 90 | 0.152 | 0.030 3 | 0.060 6 | 0.016 9 |
|     | 0.106       | 0.003 30 | 0.156 | 0.031 5 | 0.059 5 | 0.017 4 |