

ICS 77.120.99

CCS H 14

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX.3—20XX

钼铼合金化学分析方法 第3部分：铝、钙、铜、铁、镁、锰、 硅、钛含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of molybdenum rhenium alloy—
Part 3: Determination of aluminum, calcium, copper, iron, magnesium,
manganese, silicon and titanium contents—
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

(报批稿)

20XX-XX-XX发布

20XX-XX-XX实施

中华人民共和国工业和信息化部 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YS/T XXXX《钨铼合金化学分析方法》的第3部分。YS/T XXXX已经发布了以下部分：

- 第1部分：铼含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第2部分：钨含量的测定 钨酸铅重量法；
- 第3部分：铝、钙、铜、铁、镁、锰、硅、钛含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第4部分：铝、钙、铜、铁、镁、锰、镍、锡、钨含量的测定 电感耦合等离子体质谱法；
- 第5部分：碳和硫含量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第6部分：氧和氮含量的测定 惰性气体熔融-红外吸收法和热导法；
- 第7部分：氢含量的测定 惰性气体熔融-红外吸收法和热导法。

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：国合通用测试评价认证股份公司、国标（北京）检验认证有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、北矿检测技术有限公司、金堆城钼业股份有限公司、紫金矿冶测试技术有限公司、有研亿金新材料有限公司、有研资源环境技术研究院（北京）有限公司、中铝材料应用研究院有限公司、西部新钴核材料科技有限公司、紫金铜业有限公司、安泰天龙钨钼科技有限公司、中铼新材料有限公司。

本文件主要起草人：田新、张鑫、陈雄飞、王津、熊晓燕、刘凯、顾续盛、孙计先、阮桂色、谢明明、柴玉青、岳野、黄春琴、张园、苏玉龙、张金娥、刘朝方、屈伟、廖彬玲、吴丽丽、刘蛟、卫强、曾云斌、扶元初、张保红、黄鑫。

引 言

钼铌合金是一种以钼、铌为主要化学成分的二元合金材料。钼铌合金具有优异的性能，在航空航天、电子技术、核工业、医疗器械以及加热设备等领域得到广泛地应用。钼铌合金的性能与其化学成分之间有着密切关系，国内缺乏该合金化学的化学分析方法标准，建立一套针对钼铌合金化学成分的分析方法标准是十分必要的。

YS/T XXXX 拟由以下 7 个部分组成：

- 第1部分：铌含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第2部分：钼含量的测定 钼酸铅重量法；
- 第3部分：铝、钙、铜、铁、镁、锰、硅、钛含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第4部分：铝、钙、铜、铁、镁、锰、镍、锡、钨含量的测定 电感耦合等离子体质谱法；
- 第5部分：碳和硫含量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第6部分：氧和氮含量的测定 惰性气体熔融-红外吸收法和热导法；
- 第7部分：氢含量的测定 惰性气体熔融-红外吸收法和热导法。

本文件的制定为钼铌合金中铝、钙、铜、铁、镁、锰、硅、钛等杂质含量的测定提供了重要依据，填补了国内外空白，对于提高检测结果的可靠性和可比性、减少供应商和客户之间因检测误差造成的商业纠纷、助力钼铌合金产业化发展具有十分重要的作用。

钼铌合金化学分析方法

第3部分：铝、钙、铜、铁、镁、锰、硅、钛含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本文件规定了钼铌合金中铝、钙、铜、铁、镁、锰、硅、钛含量的测定方法。

本文件适用于钼铌合金中铝、钙、铜、铁、镁、锰、硅、钛含量的测定。测定范围见表1。

表1 测定范围

元素种类	质量分数/%
铝	0.0050~0.020
钙	0.0050~0.020
铜	0.0050~0.020
铁	0.0050~0.020
镁	0.0050~0.020
锰	0.0050~0.020
硅	0.0010~0.010
钛	0.0050~0.020

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 原理

试料经过氧化氢分解。在硝酸介质下，采用电感耦合等离子体原子发射光谱仪测量各被测元素特征谱线的发射强度，由工作曲线得到被测元素的质量浓度，计算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和符合 GB/T 6682 要求的实验室二级水及以上纯度的水。

- 5.1 金属钼 ($w_{Mo} \geq 99.99\%$)。
- 5.2 金属铼 ($w_{Re} \geq 99.99\%$)。
- 5.3 硝酸 ($\rho = 1.42 \text{ g/mL}$)。
- 5.4 过氧化氢 ($\rho = 1.13 \text{ g/mL}$)。
- 5.5 铝标准贮存溶液(1000 $\mu\text{g/mL}$): 称取 0.5000 g 金属铝 ($w_{Al} \geq 99.99\%$)，置于 300 mL 烧杯中，加入 20 mL 水，加入 3 g 氢氧化钠，待其加热溶解后用盐酸慢慢中和出现沉淀，并过量 20 mL，加热使其溶解并不断搅拌，冷却后，移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。或使用市售的有证国家标准溶液。
- 5.6 钙标准贮存溶液(1000 $\mu\text{g/mL}$): 称取 2.4971 g 碳酸钙 ($w_{Ca} \geq 99.99\%$ ，预先在 105℃~110℃干燥至恒重)，置于 300 mL 烧杯中，加入 20 mL 水，滴加盐酸至完全溶解，再加入 10 mL 盐酸，煮沸除去二氧化碳，冷却，移入 1000 mL 塑料容量瓶中，用水稀释至刻度混匀。或使用市售的有证国家标准溶液。
- 5.7 铜标准贮存溶液 (1000 $\mu\text{g/mL}$): 称取 0.5000 g 金属铜 ($w_{Cu} \geq 99.99\%$)，置于 150 mL 烧杯中，缓慢加入 20 mL 硝酸，盖上表面皿，低温加热至完全溶解，驱除氮的氧化物，取下，冷却，移入 500 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。或使用市售的有证国家标准溶液。
- 5.8 铁标准贮存溶液(1000 $\mu\text{g/mL}$): 称取 0.5000 g 金属铁 ($w_{Fe} \geq 99.99\%$)，置于 300 mL 烧杯中，缓慢加入 40 mL 硝酸，盖上表面皿，低温加热至完全溶解，驱除氮的氧化物，取下，冷却，移入 500 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。或使用市售的有证国家标准溶液。
- 5.9 镁标准贮存溶液(1000 $\mu\text{g/mL}$): 称取 0.5000 g 金属镁 ($w_{Mg} \geq 99.99\%$)，置于 150 mL 烧杯中，缓慢加入 20 mL 盐酸，盖上表面皿，低温加热至完全溶解，取下，冷却，移入 500 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。或使用市售的有证国家标准溶液。
- 5.10 锰标准贮存溶液 (1000 $\mu\text{g/mL}$): 称取 1.3737 g 硫酸锰 (优级纯)，置于 150 mL 烧杯中，加入少量水溶解后，移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释到刻度后，混匀。或使用市售的有证国家标准溶液。
- 5.11 硅标准贮存溶液 (1000 $\mu\text{g/mL}$): 称取 1.069 g 预先经 900℃灼烧过的二氧化硅 ($w_{SiO_2} \geq 99.99\%$) 于铂坩埚中，加入 4 g 无水碳酸钠，置于 950℃高温炉中熔融至红色透明。取出冷却，用水洗净坩埚底部，用沸水浸出熔块于塑料杯中，洗出铂坩埚，冷却，移入 500 mL 塑料容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。或使用市售的有证国家标准溶液。
- 5.12 钛标准贮存溶液 (1000 $\mu\text{g/mL}$): 称取 0.5000 g 金属钛 ($w_{Ti} \geq 99.99\%$)，置于 300 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 5 mL 氢氟酸，加热至完全溶解，取下，冷却，移入 500 mL 塑料容量瓶中，加入 20 mL 氢氟酸，以水稀释至刻度，混匀。或使用市售的有证国家标准溶液。
- 5.13 混合标准溶液 A: 分别移取 10.00 mL 铝、钙、铜、铁、镁、锰、硅标准贮存溶液于 100 mL 塑料容量瓶中，加入 5 mL 硝酸，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铝、钙、铜、铁、镁、锰、硅。
- 5.14 标准溶液 B: 移取 10.00 mL 钛标准贮存溶液于 100 mL 塑料容量瓶中，加入 5 mL 氢氟酸，2 mL 硝酸，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 钛。
- 5.15 氩气 (体积分数不小于 99.9995%)。

6 仪器设备

电感耦合等离子体原子发射光谱仪，配备耐氢氟酸溶液进样系统，仪器分辨率应小于 0.006 nm (200 nm 处)。各被测元素推荐的分析谱线见表 2。

表2 推荐的分析谱线

元素	波长 nm	元素	波长 nm
Al	167.01	Mg	279.55、280.27
Ca	396.84、393.36	Mn	257.61
Cu	327.39	Si	185.00
Fe	238.20	Ti	334.94、368.52

7 样品

将样品加工成粒度不大于 0.150 mm 的粉末或厚度不大于 1 mm 的碎屑。

8 试验步骤

8.1 试料

称取 0.50 g 样品 (7)，精确至 0.0001 g。

8.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

8.4 测定

8.4.1 将试料 (8.1) 置于 100 mL 玻璃烧杯中，加少量水润湿。加入 5 mL 过氧化氢 (5.4)，盖上表面皿，于电炉上低温加热至完全溶解。用水冲洗烧杯壁及表面皿，加入 2 mL 硝酸 (5.3)，加热煮沸 1 min~2 min，取下，冷却至室温。

8.4.2 将试液 (8.4.1) 移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

8.4.3 在选定的仪器工作条件下，于电感耦合等离子体原子发射光谱仪相应的分析谱线处测量试液 (8.4.2) 及随同试料空白 (8.3) 中各被测元素的发射强度，从相应的工作曲线上查得各被测元素的质量浓度。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 工作曲线标准溶液 A：分别称取与试料中钼和铈基体质量相当的金属钼 (5.1) 和金属铈 (5.2) 于一组 100 mL 玻璃烧杯中，按步骤 (8.4.1) 将其溶解完全，取下冷却至室温，分别移入一组 100 mL 玻璃容量瓶中。分别加入 0 mL、0.05 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL 混合标准溶液 A (5.13) 用水稀释至刻度，混匀。

8.5.2 工作曲线标准溶液 B：分别称取与试料中钼和铈基体质量相当的金属钼 (5.1) 和金属铈 (5.2) 于一组 100 mL 玻璃烧杯中，按步骤 (8.4.1) 将其溶解完全，取下冷却至室温，分别移入一组 100 mL 塑料容量瓶中。分别加入 0 mL、0.05 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL 标准溶液 B (5.14) 用水稀释至刻度，混匀。

8.5.3 于电感耦合等离子体原子发射光谱仪，在选定的分析谱线处，测量系列标准溶液中各被测元素的发射强度，以各被测元素的质量浓度为横坐标，发射强度为纵坐标，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 ω_x 计，按公式（1）计算：

$$\omega_x = \frac{(\rho - \rho_0) \cdot V_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m \cdot V_2} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- w_x ——被测元素（铝、钙、铜、铁、镁、锰、硅、钛）的含量，%；
- ρ ——测得的样品试液中被测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；
- ρ_0 ——测得的空白试液中被测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；
- V_1 ——测定试液的体积，单位为毫升（mL）；
- V_0 ——试液总体积，单位为毫升（mL）；
- m ——试料的质量，单位为克（g）；
- V_2 ——分取试液的体积，单位为毫升（mL）。

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3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 ）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。精密度试验原始数据参见附录A。

表3 重复性限

$w_{\text{Al}} / \%$	<0.005	0.010	0.016
$r / \%$	—	0.001	0.002
$w_{\text{Ca}} / \%$	<0.005	0.010	0.016
$r / \%$	—	0.001	0.002
$w_{\text{Cu}} / \%$	<0.005	0.010	0.016
$r / \%$	—	0.001	0.002
$w_{\text{Fe}} / \%$	<0.005	0.010	0.016
$r / \%$	—	0.001	0.002
$w_{\text{Mg}} / \%$	<0.005	0.010	0.016
$r / \%$	—	0.001	0.002
$w_{\text{Mn}} / \%$	<0.005	0.010	0.016
$r / \%$	—	0.001	0.002
$w_{\text{Si}} / \%$	<0.005	0.010	0.016
$r / \%$	—	0.001	0.002
$w_{\text{Ti}} / \%$	<0.005	0.010	0.016
$r / \%$	—	0.001	0.002

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 ）的情况不超过5%，再现性限（ R ）按表4数据采用线性内插法或外延法求得。精密度试验原始数据参见附录A。

表4 再现性限

$w_{Al}/\%$	<0.005	0.010	0.016
$R/\%$	-	0.002	0.003
$w_{Ca}/\%$	<0.005	0.010	0.016
$R/\%$	-	0.002	0.003
$w_{Cu}/\%$	<0.005	0.010	0.016
$R/\%$	-	0.002	0.003
$w_{Fe}/\%$	<0.005	0.010	0.016
$R/\%$	-	0.002	0.003
$w_{Mg}/\%$	<0.005	0.010	0.016
$R/\%$	-	0.002	0.003
$w_{Mn}/\%$	<0.005	0.010	0.016
$R/\%$	-	0.002	0.003
$w_{Si}/\%$	<0.005	0.010	0.016
$R/\%$	-	0.002	0.003
$w_{Ti}/\%$	<0.005	0.010	0.016
$R/\%$	-	0.002	0.003

11 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；
- 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。

附录 A
(资料性)
精密度试验原始数据

精密度数据是在 2021 年由 10 家实验室对铝、钙、铜、铁、镁、锰、硅、钛含量的 3 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铝、钙、铜、铁、镁、锰、硅、钛含量在重复性条件下独立测定 7 次。统计数据见表 A.1~A.8。

表 A.1 铝精密度数据

实验室	样品水平	$w_{Al}/\%(n=7)$						
		1	2	3	4	5	6	7
1	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016
2	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016
3	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.011	0.011	0.011	0.010	0.011	0.011	0.011
	3#	0.017	0.017	0.017	0.017	0.017	0.017	0.017
4	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016
5	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.016	0.017	0.017	0.016	0.016
6	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.015	0.016	0.015	0.016	0.016	0.016	0.016
7	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016
8	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.017	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.017
9	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.011	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.018	0.018	0.018	0.018	0.018	0.018	0.018
10	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.017	0.016	0.017	0.016	0.016

表 A.2 钙精密度数据

实验室	样品水平	$w_{Ca}/\%(n=7)$						
		1	2	3	4	5	6	7
1	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.017	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016
2	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016
3	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.017	0.017	0.017	0.017	0.017	0.017	0.017
4	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016
5	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.011	0.010	0.010	0.011	0.010
	3#	0.017	0.016	0.017	0.016	0.016	0.017	0.017
6	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.009	0.009	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.016	0.015	0.016	0.016	0.016
7	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016
8	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.017	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016
9	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.018	0.017	0.017	0.018	0.018	0.018	0.018
10	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.017	0.016	0.016	0.016	0.016

表 A.3 铜精密度数据

实验室	样品水平	$w_{Cu}/\%$ (n=7)						
		1	2	3	4	5	6	7
1	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016
2	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016
3	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.009	0.009	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016
4	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016
5	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016
6	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.011	0.010	0.011	0.011	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.017	0.017	0.017	0.017	0.017
7	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.017	0.016	0.016	0.016	0.016
8	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016
9	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.017	0.018	0.017	0.017	0.017	0.018	0.018
10	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016

表 A.4 铁精密度数据

实验室	样品水平	$w_{Fe}/\%$ (n=7)						
		1	2	3	4	5	6	7
1	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016
2	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016
3	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.011
	3#	0.017	0.017	0.017	0.016	0.017	0.017	0.016
4	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016
5	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016
6	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.011	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.015	0.016	0.017	0.016	0.016
7	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.011	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016
8	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016
9	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.018	0.017	0.017	0.017	0.017	0.018	0.018
10	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016

表 A.5 镁精密度数据

实验室	样品水平	$w_w/\%$ (n=7)						
		1	2	3	4	5	6	7
1	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.017	0.016	0.016	0.016	0.017	0.016	0.016
2	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016
3	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.011	0.010	0.010
	3#	0.017	0.017	0.017	0.016	0.017	0.017	0.017
4	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016
5	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016
6	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009
	3#	0.015	0.016	0.015	0.015	0.016	0.015	0.015
7	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016
8	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.017	0.016	0.016	0.016	0.017	0.016	0.016
9	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.018	0.017	0.017	0.017	0.017	0.017	0.017
10	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.017	0.017

表 A.6 锰精密度数据

实验室	样品水平	$w_{\text{Mn}}/\%(n=7)$						
		1	2	3	4	5	6	7
1	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016
2	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016
3	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.011	0.010	0.010
	3#	0.017	0.017	0.017	0.017	0.017	0.016	0.017
4	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016
5	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.017	0.016	0.016	0.016	0.016
6	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009
	3#	0.015	0.015	0.014	0.015	0.016	0.015	0.015
7	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016
8	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016
9	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.017	0.017	0.017	0.017	0.017	0.017	0.017
10	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016

表 A.7 硅精密度数据

实验室	样品水平	$w_{Si}/\%$ (n=7)						
		1	2	3	4	5	6	7
1	1#	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.017	0.016	0.016	0.016	0.017	0.016	0.016
2	1#	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016
3	1#	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001
	2#	0.010	0.010	0.009	0.010	0.010	0.009	0.010
	3#	0.016	0.015	0.016	0.016	0.015	0.015	0.017
4	1#	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016
5	1#	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001
	2#	0.010	0.011	0.009	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.016	0.016	0.017	0.016	0.016
6	1#	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.017	0.016	0.016	0.016	0.016
7	1#	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.017	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016
8	1#	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001
	2#	0.011	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.017	0.017	0.016	0.016	0.016
9	1#	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001
	2#	0.010	0.010	0.011	0.011	0.011	0.010	0.011
	3#	0.018	0.018	0.018	0.018	0.018	0.018	0.018
10	1#	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016

表 A.8 钛精密度数据

实验室	样品水平	$w_{Ti}/\%(n=7)$						
		1	2	3	4	5	6	7
1	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016
2	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016
3	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009
	3#	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016
4	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.016	0.017	0.016	0.016	0.016
5	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016
6	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.015	0.016	0.015	0.015	0.016	0.016	0.016
7	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.017	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016
8	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016	0.016
9	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.018	0.018	0.017	0.018	0.018	0.018	0.018
10	1#	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
	2#	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
	3#	0.016	0.016	0.016	0.017	0.016	0.016	0.016