

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4部分。YS/T XXXX已经发布以下部分：

- 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、有研亿金股份有限公司、金堆城钼业股份有限公司、西安汉唐分析检测有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、紫金铜业有限公司、有研资源环境技术研究院（北京）有限公司、安泰天龙钨钼科技有限公司、北矿检测技术有限公司、中铼新材料有限公司。

本文件主要起草人：李爱嫦、墨淑敏、陈雄飞、潘元海、刘朝芳、谢明明、刘凯、马晓敏、李涛、王长华、柴玉青、王郭亮、王波、刘芳美、孙梦荷、屈伟、王兴君、邱长丹、张鑫、祝利红、张强。

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、医疗器械和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。

钼铌合金中杂质元素铝、钙、铜、铁、镁、锰、镍、锡、钨含量过高会导致合金的微观组织结构不均匀，从而使合金的塑性和冲击韧性降低、脆性增加，故而需要在制备工艺上严格控制这些杂质元素的含量，因此准确测定钼铌合金中这些杂质元素的含量就显得尤为重要。本文件的制定为钼铌合金中铝、钙、铜、铁、镁、锰、镍、锡、钨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。

铝镍合金化学分析方法

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

1 范围

本文件规定了铝镍合金中铝、钙、铜、铁、镁、锰、镍、锡、钨含量的测定方法。

本文件适用于铝镍合金中铝、钙、铜、铁、镁、锰、镍、锡、钨含量的测定。各元素的测定范围：0.0001%~0.010%。

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

试料用硝酸、氢氟酸混酸或硝酸、过氧化氢分解，在选定的仪器条件下，以钪、铈为内标元素，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和符合GB/T 6682要求的实验室二级水及以上纯度的水。

5.1 硝酸（ $\rho=1.42$ g/mL），MOS级。

5.2 氢氟酸（ $\rho=1.13$ g/mL），MOS级。

5.3 过氧化氢（ $\rho=1.10$ g/mL），MOS级。

5.4 标准贮存溶液：铝、钙、铜、铁、镁、锰、镍、锡、钨、钪、铈采用有效期内证书的单元素标准贮存溶液，浓度为100 μ g/mL。

5.5 待测元素混合标准溶液：分别移取 1.00 mL 各待测元素铝、钙、铜、铁、镁、锰、镍、锡、钨的标准贮存溶液（5.4）于 100 mL 聚四氟容量瓶中，加入 5 mL 硝酸（5.1），用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 分别含 1 μ g 待测元素铝、钙、铜、铁、镁、锰、镍、锡、钨。

5.6 内标元素混合标准溶液：移取 1.00 mL 钪、铈内标的标准贮存溶液（5.4）于 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 硝酸（5.1），用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 分别含 1 μ g 内标元素钪、铈。

6 仪器设备

电感耦合等离子体质谱仪，配备耐氢氟酸进样系统及碰撞反应池系统，且应满足以下条件：

——质量分辨率不大于 0.8u；

——被测元素推荐质量数见表 1。

表 1 元素推荐质量数

元素	同位素质量数	元素	同位素质量数
Mg	24	Ni	60
Al	27	Cu	63
Ca	40	Sn	118
Sc	45	W	184
Mn	55	Cs	133
Fe	56	—	—

注：Ca、Fe 采用碰撞反应池模式测定；Mg、Al、Ca 采用 Sc 作为内标元素，其他元素采用 Cs 作为内标元素。

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 0.10 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 聚四氟烧杯中，依次加入 1 mL 硝酸（5.1）和 1 mL 氢氟酸（5.2）或 1 mL 硝酸（5.1）和 1 mL 过氧化氢（5.3），盖上聚四氟烧杯盖，于电炉上低温加热，溶解后煮沸 2min，取下，冷却。

8.4.2 将试液（8.4.1）移入 100 mL 塑料容量瓶中，加入 1.00 mL 内标元素混合标准溶液（5.6），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质谱仪测量各被测元素的强度，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 移取 0 mL、0.5 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 待测元素混合标准溶液（5.5）于一组 100 mL 容量瓶中，加入 2 mL 硝酸（5.1）和 1 mL 内标元素混合标准溶液（5.6），用水稀释至刻度，混匀。

8.5.2 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（8.5.2）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，各被测元素工作曲线线性相关系数应不小于 0.999。

9 试验数据处理

被测元素含量以质量分数 w_x 计，按公式（1）计算：

$$w_x = \frac{(\rho_x - \rho_0) \cdot V \times 10^{-9}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

w_x —— 被测元素（铝、钙、铜、铁、镁、锰、镍、锡、钨）的含量，%；

ρ_x —— 仪器测出的样品试液中被测元素的质量浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

ρ_0 —— 仪器测出的空白试液中被测元素的质量浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

V —— 测定试液体积，单位为毫升（mL）；

m —— 试料的质量，单位为克（g）；

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 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 ）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。精密度试验原始数据参见附录 A。

表 2 重复性限

$w_{Mg}/\%$	<0.0001	0.0021	0.0071
$r/\%$	-	0.0003	0.0006
$w_{Al}/\%$	<0.0001	0.0021	0.0071
$r/\%$	-	0.0003	0.0006
$w_{Ca}/\%$	0.0002	0.0021	0.0068
$r/\%$	0.0001	0.0003	0.0008
$w_{Mn}/\%$	<0.0001	0.0021	0.0074
$r/\%$	-	0.0003	0.0006

表 2 重复性限 (续)

$w_{Fe} / \%$	0.0007	0.0034	0.0089
$r / \%$	0.0002	0.0003	0.0007
$w_{Ni} / \%$	0.0002	0.0025	0.0075
$r / \%$	0.0001	0.0003	0.0006
$w_{Cu} / \%$	0.0002	0.0022	0.0075
$r / \%$	0.0001	0.0002	0.0006
$w_{Sn} / \%$	<0.0001	0.0022	0.0071
$r / \%$	-	0.0003	0.0006
$w_W / \%$	0.0025	0.0053	0.0084
$r / \%$	0.0002	0.0005	0.0006

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) 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

$w_{Mg} / \%$	<0.0001	0.0021	0.0071
$R / \%$	-	0.0004	0.0008
$w_{Al} / \%$	<0.0001	0.0021	0.0071
$R / \%$	-	0.0004	0.0007
$w_{Ca} / \%$	0.0002	0.0021	0.0068
$R / \%$	0.0003	0.0005	0.0009
$w_{Mn} / \%$	<0.0001	0.0021	0.0074
$R / \%$	-	0.0006	0.0008
$w_{Fe} / \%$	0.0007	0.0034	0.0089
$R / \%$	0.0003	0.0004	0.0009
$w_{Ni} / \%$	0.0002	0.0025	0.0075
$R / \%$	0.0001	0.0004	0.0008
$w_{Cu} / \%$	0.0002	0.0022	0.0075
$R / \%$	0.0001	0.0004	0.0008
$w_{Sn} / \%$	<0.0001	0.0022	0.0071
$R / \%$	-	0.0005	0.0008
$w_W / \%$	0.0025	0.0053	0.0084
$R / \%$	0.0005	0.0006	0.0008

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。

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

附录 A

(资料性)

精密度试验原始数据

精密度数据是 2021 年由 8 家实验室对铝、钙、铜、铁、镁、锰、镍、锡、钨含量的 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、镍、锡、钨含量在重复性条件下独立测定 7 次。统计数据见表 A.1~A.9。

A.1 镁精密度数据

实验室	水平数	$w_{Mg}/\%$ (n=7)							平均值 %	标准偏差 S %
		1	2	3	4	5	6	7		
1	1#	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	-
	2#	0.0021	0.0021	0.0020	0.0021	0.0020	0.0021	0.0021	0.0021	0.00005
	3#	0.0069	0.0070	0.0071	0.0073	0.0073	0.0074	0.0072	0.0072	0.00018
2	1#	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	-
	2#	0.0017	0.0020	0.0017	0.0019	0.0021	0.0020	0.0018	0.0019	0.00016
	3#	0.0073	0.0072	0.0071	0.0072	0.0071	0.0073	0.0074	0.0072	0.00011
3	1#	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	-
	2#	0.0021	0.0020	0.0022	0.0021	0.0021	0.0022	0.0020	0.0021	0.00008
	3#	0.0069	0.0069	0.0068	0.0069	0.0071	0.0069	0.0073	0.0070	0.00017
4	1#	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	-
	2#	0.0022	0.0023	0.0022	0.0023	0.0024	0.0023	0.0023	0.0023	0.00008
	3#	0.0071	0.0070	0.0070	0.0071	0.0071	0.0071	0.0070	0.0071	0.00005
5	1#	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	-
	2#	0.0024	0.0023	0.0022	0.0022	0.0023	0.0025	0.0024	0.0023	0.00011
	3#	0.0078	0.0069	0.0072	0.0070	0.0069	0.0075	0.0073	0.0072	0.00034
6	1#	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	-
	2#	0.0020	0.0020	0.0020	0.0020	0.0020	0.0021	0.0020	0.0020	0.00004
	3#	0.0072	0.0071	0.0072	0.0072	0.0071	0.0070	0.0071	0.0071	0.00008
7	1#	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	-
	2#	0.0021	0.0020	0.0020	0.0020	0.0020	0.0021	0.0021	0.0020	0.00005
	3#	0.0070	0.0072	0.0072	0.0072	0.0071	0.0073	0.0072	0.0072	0.00010
8	1#	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	-
	2#	0.0020	0.0021	0.0023	0.0023	0.0020	0.0020	0.0021	0.0021	0.00013
	3#	0.0073	0.0069	0.0072	0.0069	0.0072	0.0070	0.0072	0.0071	0.00016

A.2 铝精密度数据

实验室	水平数	$w_{Al}/\%$ (n=7)							平均值 %	标准偏差 S %
		1	2	3	4	5	6	7		
1	1#	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	-
	2#	0.0022	0.0022	0.0021	0.0022	0.0021	0.0023	0.0022	0.0022	0.00007
	3#	0.0070	0.0070	0.0072	0.0073	0.0073	0.0078	0.0073	0.0073	0.00027
2	1#	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	-
	2#	0.0026	0.0031	0.0028	0.0027	0.0029	0.0030	0.0026	0.0028	0.00020
	3#	0.0076	0.0073	0.0079	0.0080	0.0073	0.0072	0.0076	0.0076	0.00031
3	1#	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	-
	2#	0.0022	0.0023	0.0025	0.0022	0.0023	0.0026	0.0023	0.0023	0.00015
	3#	0.0071	0.0069	0.0071	0.0071	0.0071	0.007	0.007	0.0070	0.00008
4	1#	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	-
	2#	0.0023	0.0022	0.0023	0.0023	0.0022	0.0022	0.0023	0.0023	0.00005
	3#	0.0073	0.0073	0.0072	0.0073	0.0072	0.0072	0.0072	0.0072	0.00005
5	1#	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	-
	2#	0.0020	0.0019	0.0019	0.0021	0.0019	0.0020	0.0020	0.0020	0.00008
	3#	0.0068	0.0072	0.0072	0.0068	0.0074	0.0072	0.0070	0.0071	0.00023
6	1#	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	-
	2#	0.0020	0.0020	0.0019	0.0020	0.0019	0.0019	0.0020	0.0020	0.00005
	3#	0.0069	0.0069	0.0070	0.0070	0.0070	0.0070	0.0070	0.0070	0.00005
7	1#	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	-
	2#	0.0023	0.0022	0.0023	0.0022	0.0022	0.0022	0.0022	0.0022	0.00005
	3#	0.0071	0.0072	0.0077	0.0072	0.0071	0.0074	0.0072	0.0073	0.00021
8	1#	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	-
	2#	0.0023	0.0020	0.0022	0.0022	0.0021	0.0023	0.0022	0.0022	0.00011
	3#	0.0075	0.0071	0.0077	0.0072	0.0075	0.0077	0.0072	0.0074	0.00025

A.3 钙精密度数据

实验室	水平数	$w_{Ca}/\%$ (n=7)							平均值 %	标准偏差 S %
		1	2	3	4	5	6	7		
1	1#	0.0002	0.0001	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0001	0.0002	0.00005
	2#	0.0023	0.0020	0.0018	0.0020	0.0019	0.0021	0.0019	0.0020	0.00016
	3#	0.0067	0.0065	0.0067	0.0068	0.0068	0.0070	0.0068	0.0068	0.00015
2	1#	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	-
	2#	0.0019	0.0021	0.0023	0.0022	0.0020	0.0023	0.0020	0.0021	0.00016
	3#	0.0068	0.0070	0.0074	0.0072	0.0073	0.0069	0.0073	0.0071	0.00023
3	1#	0.0001	0.0002	0.0002	0.0001	0.0002	0.0001	0.0002	0.0002	0.00005
	2#	0.0021	0.0021	0.0020	0.0023	0.0019	0.0023	0.0020	0.0021	0.00015
	3#	0.0069	0.0068	0.0069	0.0070	0.0069	0.0068	0.0072	0.0069	0.00014
4	1#	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.00000
	2#	0.0021	0.0021	0.0020	0.0021	0.0021	0.0020	0.0021	0.0021	0.00005
	3#	0.0065	0.0066	0.0065	0.0065	0.0064	0.0064	0.0065	0.0065	0.00007
5	1#	0.0003	0.0003	0.0003	0.0003	0.0003	0.0002	0.0003	0.0003	0.00004
	2#	0.0024	0.0022	0.0022	0.0024	0.0022	0.0021	0.0024	0.0023	0.00013
	3#	0.0070	0.0075	0.0069	0.0072	0.0073	0.0066	0.0072	0.0071	0.00029
6	1#	<0.0010	<0.0010	<0.0010	<0.0010	<0.0010	<0.0010	<0.0010	<0.0001	-
	2#	0.0018	0.0018	0.0018	0.0018	0.0018	0.0019	0.0018	0.0018	0.00004
	3#	0.0068	0.0067	0.0068	0.0068	0.0067	0.0067	0.0067	0.0067	0.00005
7	1#	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0001	0.0002	0.0002	0.0002	0.00004
	2#	0.0021	0.0023	0.0022	0.0022	0.0021	0.0023	0.0022	0.0022	0.00008
	3#	0.0066	0.0068	0.0067	0.0068	0.0067	0.0067	0.0067	0.0067	0.00007
8	1#	0.0002	0.0003	0.0002	0.0002	0.0003	0.0003	0.0002	0.0002	0.00005
	2#	0.0022	0.0019	0.0018	0.0020	0.0021	0.0020	0.0019	0.0020	0.00013
	3#	0.0067	0.0066	0.0068	0.0078	0.0070	0.0066	0.0067	0.0069	0.00043

A.4 锰精密度数据

实验室	水平数	$w_{Mn}/\%$ (n=7)							平均值 %	标准偏差 S %
		1	2	3	4	5	6	7		
1	1#	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	-
	2#	0.0021	0.0022	0.0021	0.0021	0.0021	0.0021	0.0021	0.0021	0.00004
	3#	0.0076	0.0076	0.0078	0.0079	0.0079	0.0080	0.0075	0.0078	0.00019
2	1#	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	-
	2#	0.0020	0.0019	0.0018	0.0020	0.0019	0.0021	0.0019	0.0019	0.00010
	3#	0.0072	0.0075	0.0066	0.0067	0.0069	0.0070	0.0069	0.0070	0.00030
3	1#	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	-
	2#	0.0020	0.0020	0.0022	0.0020	0.0020	0.0020	0.0021	0.0020	0.00008
	3#	0.0071	0.0071	0.0070	0.0070	0.0068	0.0068	0.0069	0.0070	0.00013
4	1#	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	-
	2#	0.0021	0.0020	0.0021	0.0021	0.0020	0.0021	0.0020	0.0021	0.00005
	3#	0.0077	0.0078	0.0078	0.0076	0.0077	0.0077	0.0078	0.0077	0.00008
5	1#	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	-
	2#	0.0025	0.0023	0.0022	0.0022	0.0024	0.0022	0.0023	0.0023	0.00012
	3#	0.0080	0.0079	0.0072	0.0070	0.0075	0.0075	0.0073	0.0075	0.00036
6	1#	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	-
	2#	0.0019	0.0019	0.0019	0.0019	0.0019	0.0018	0.0020	0.0019	0.00006
	3#	0.0070	0.0070	0.0070	0.0071	0.0070	0.0070	0.0071	0.0070	0.00005
7	1#	0.0003	0.0003	0.0003	0.0003	0.0003	0.0003	0.0004	0.0003	0.00004
	2#	0.0025	0.0025	0.0024	0.0024	0.0025	0.0025	0.0025	0.0025	0.00005
	3#	0.0075	0.0074	0.0074	0.0075	0.0076	0.0074	0.0076	0.0075	0.00009
8	1#	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	-
	2#	0.0022	0.0023	0.0021	0.0022	0.0024	0.0021	0.0022	0.0022	0.00011
	3#	0.0075	0.0077	0.0078	0.0076	0.0076	0.0077	0.0077	0.0077	0.00010

A.5 铁精密度数据

实验室	水平数	$w_{Fe}/\%$ (n=7)							平均值 %	标准偏差 S %
		1	2	3	4	5	6	7		
1	1#	0.0007	0.0007	0.0007	0.0007	0.0006	0.0007	0.0007	0.0007	0.0004
	2#	0.0036	0.0034	0.0033	0.0033	0.0032	0.0033	0.0033	0.0033	0.0013
	3#	0.0090	0.0092	0.0091	0.0093	0.0094	0.0093	0.0091	0.0092	0.0014
2	1#	0.0008	0.0007	0.0007	0.0008	0.0007	0.0006	0.0007	0.0007	0.0007
	2#	0.0031	0.0025	0.0029	0.0032	0.0028	0.0029	0.0032	0.0029	0.0025
	3#	0.0083	0.0085	0.0089	0.0085	0.0090	0.0090	0.0087	0.0087	0.0028
3	1#	0.0007	0.0009	0.0009	0.0007	0.0007	0.0009	0.0008	0.0008	0.0010
	2#	0.0034	0.0035	0.0034	0.0033	0.0032	0.0032	0.0035	0.0034	0.0013
	3#	0.0092	0.0096	0.0096	0.0094	0.0092	0.0094	0.0094	0.0094	0.0016
4	1#	0.0006	0.0007	0.0007	0.0006	0.0007	0.0006	0.0007	0.0007	0.0005
	2#	0.0034	0.0033	0.0034	0.0034	0.0033	0.0033	0.0034	0.0034	0.0005
	3#	0.0092	0.0093	0.0092	0.0093	0.0093	0.0092	0.0092	0.0092	0.0005
5	1#	0.0005	0.0006	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0004
	2#	0.0033	0.0033	0.0036	0.0035	0.0034	0.0033	0.0035	0.0034	0.0012
	3#	0.0098	0.0092	0.0090	0.0091	0.0092	0.0095	0.0093	0.0095	0.0025
6	1#	0.0008	0.0008	0.0007	0.0007	0.0007	0.0007	0.0006	0.0007	0.0007
	2#	0.0036	0.0035	0.0036	0.0034	0.0035	0.0036	0.0036	0.0035	0.0008
	3#	0.0083	0.0084	0.0084	0.0086	0.0085	0.0085	0.0084	0.0084	0.0010
7	1#	0.0013	0.0012	0.0012	0.0012	0.0012	0.0013	0.0012	0.0012	0.0005
	2#	0.0033	0.0034	0.0033	0.0032	0.0033	0.0033	0.0032	0.0033	0.0007
	3#	0.0082	0.0083	0.0083	0.0082	0.0082	0.0083	0.0082	0.0082	0.0005
8	1#	0.0008	0.0006	0.0008	0.0007	0.0006	0.0008	0.0007	0.0007	0.0009
	2#	0.0030	0.0031	0.0035	0.0034	0.0032	0.0034	0.0032	0.0033	0.0018
	3#	0.0093	0.0089	0.0089	0.0091	0.0093	0.0092	0.0093	0.0091	0.0018

A.6 镍精密度数据

实验室	水平数	$\mu_{k1}/\% (n=7)$							平均值 %	标准偏差 S %
		1	2	3	4	5	6	7		
1	1#	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0003	0.0003	0.0003	0.0002	0.00005
	2#	0.0026	0.0026	0.0027	0.0027	0.0025	0.0026	0.0025	0.0026	0.00008
	3#	0.0077	0.0079	0.0080	0.0082	0.0080	0.0081	0.0079	0.0080	0.00016
2	1#	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0003	0.0003	0.0003	0.0002	0.00005
	2#	0.0026	0.0026	0.0027	0.0027	0.0025	0.0026	0.0025	0.0026	0.00008
	3#	0.0077	0.0079	0.0080	0.0082	0.0080	0.0081	0.0079	0.0080	0.00016
3	1#	0.0001	0.0002	0.0002	0.0001	0.0002	0.0002	0.0001	0.0002	0.00005
	2#	0.0025	0.0028	0.0025	0.0025	0.0025	0.0026	0.0024	0.0025	0.00013
	3#	0.0076	0.0075	0.0076	0.0072	0.0071	0.0076	0.0075	0.0074	0.00021
4	1#	0.0003	0.0003	0.0002	0.0003	0.0003	0.0002	0.0003	0.0003	0.00005
	2#	0.0024	0.0023	0.0023	0.0024	0.0024	0.0023	0.0023	0.0023	0.00005
	3#	0.0082	0.0082	0.0081	0.0082	0.0083	0.0082	0.0082	0.0082	0.00005
5	1#	0.0003	0.0003	0.0002	0.0003	0.0003	0.0002	0.0003	0.0003	0.00005
	2#	0.0034	0.0032	0.0033	0.0035	0.0036	0.0032	0.0035	0.0034	0.00016
	3#	0.0073	0.0075	0.0072	0.0070	0.0069	0.0075	0.0073	0.0072	0.00023
6	1#	0.0003	0.0003	0.0003	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.00005
	2#	0.0026	0.0025	0.0025	0.0025	0.0025	0.0028	0.0028	0.0026	0.00014
	3#	0.0072	0.0071	0.0071	0.0072	0.0071	0.0070	0.0070	0.0071	0.00008
7	1#	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.00000
	2#	0.0024	0.0024	0.0024	0.0024	0.0024	0.0023	0.0023	0.0024	0.00005
	3#	0.0074	0.0074	0.0073	0.0073	0.0074	0.0073	0.0073	0.0073	0.00005
8	1#	0.0002	0.0002	0.0002	0.0003	0.0002	0.0003	0.0002	0.0002	0.00005
	2#	0.0025	0.0026	0.0026	0.0027	0.0026	0.0027	0.0026	0.0026	0.00007
	3#	0.0092	0.0090	0.0092	0.0093	0.0091	0.0090	0.0091	0.0091	0.00011

A.7 铜精密度数据

实验室	水平数	$w_{Cu}/\% (n=7)$							平均值 %	标准偏差 S %
		1	2	3	4	5	6	7		
1	1#	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0000
	2#	0.0022	0.0022	0.0022	0.0022	0.0021	0.0022	0.0022	0.0022	0.0004
	3#	0.0073	0.0073	0.0075	0.0076	0.0076	0.0077	0.0074	0.0075	0.0016
2	1#	0.0001	0.0002	0.0001	0.0002	0.0001	0.0001	0.0002	0.0001	0.0005
	2#	0.0019	0.0018	0.0022	0.0024	0.0020	0.0019	0.0022	0.0021	0.0021
	3#	0.0067	0.0069	0.0070	0.0066	0.0075	0.0070	0.0076	0.0070	0.0038
3	1#	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0000
	2#	0.0023	0.0022	0.0024	0.0023	0.0023	0.0024	0.0024	0.0023	0.0008
	3#	0.0075	0.0076	0.0077	0.0074	0.0073	0.0075	0.0077	0.0075	0.0015
4	1#	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0000
	2#	0.0022	0.0023	0.0022	0.0022	0.0023	0.0023	0.0022	0.0022	0.0005
	3#	0.0076	0.0075	0.0076	0.0075	0.0075	0.0075	0.0076	0.0075	0.0005
5	1#	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0000
	2#	0.0024	0.0023	0.0022	0.0022	0.0021	0.0022	0.0024	0.0023	0.0011
	3#	0.0070	0.0075	0.0079	0.0073	0.0075	0.0072	0.0071	0.0074	0.0030
6	1#	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0000
	2#	0.0020	0.0021	0.0020	0.0021	0.0021	0.0021	0.0021	0.0021	0.0005
	3#	0.0074	0.0074	0.0073	0.0074	0.0074	0.0073	0.0074	0.0074	0.0005
7	1#	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0003	0.0002	0.0002	0.0004
	2#	0.0022	0.0022	0.0022	0.0021	0.0022	0.0021	0.0022	0.0022	0.0005
	3#	0.0073	0.0074	0.0073	0.0073	0.0074	0.0074	0.0074	0.0074	0.0005
8	1#	0.0002	0.0002	0.0001	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0004
	2#	0.0022	0.0021	0.0022	0.0021	0.0022	0.0023	0.0022	0.0022	0.0007
	3#	0.0077	0.0077	0.0078	0.0077	0.0075	0.0078	0.0077	0.0077	0.0010

A. 8 锡精密度数据

实验室	水平数	$w_{Sn}/\% (n=7)$							平均值 %	标准偏差 S %
		1	2	3	4	5	6	7		
1	1#	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	-
	2#	0.0020	0.0021	0.0020	0.0022	0.0020	0.0021	0.0020	0.0021	0.00008
	3#	0.0070	0.0071	0.0072	0.0071	0.0070	0.0071	0.0071	0.0071	0.00007
2	1#	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	-
	2#	0.0019	0.0020	0.0023	0.0024	0.0021	0.0023	0.0022	0.0022	0.00018
	3#	0.0070	0.0070	0.0072	0.0073	0.0071	0.0073	0.0072	0.0072	0.00013
3	1#	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	-
	2#	0.0021	0.0023	0.0022	0.0021	0.0020	0.0022	0.0021	0.0021	0.00010
	3#	0.0072	0.0072	0.0072	0.0071	0.0071	0.0070	0.0077	0.0072	0.00023
4	1#	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	-
	2#	0.0020	0.0021	0.0021	0.0020	0.0021	0.0021	0.0022	0.0021	0.00007
	3#	0.0071	0.0070	0.0071	0.0069	0.0071	0.0071	0.0070	0.0070	0.00008
5	1#	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	-
	2#	0.0025	0.0024	0.0022	0.0023	0.0022	0.0025	0.0024	0.0024	0.00013
	3#	0.0073	0.0075	0.0072	0.0070	0.0069	0.0075	0.0073	0.0072	0.00023
6	1#	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	-
	2#	0.0019	0.0020	0.0019	0.0020	0.0019	0.0020	0.0020	0.0020	0.00005
	3#	0.0069	0.0067	0.0068	0.0068	0.0067	0.0067	0.0067	0.0068	0.00008
7	1#	0.0003	0.0003	0.0003	0.0003	0.0003	0.0003	0.0002	0.0003	0.00004
	2#	0.0023	0.0023	0.0023	0.0023	0.0022	0.0024	0.0024	0.0023	0.00007
	3#	0.0073	0.0072	0.0072	0.0072	0.0072	0.0073	0.0071	0.0072	0.00007
8	1#	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	-
	2#	0.0021	0.0022	0.0021	0.0022	0.0022	0.0020	0.0022	0.0021	0.00008
	3#	0.0073	0.0070	0.0071	0.0071	0.0072	0.0072	0.0073	0.0072	0.00011

A.9 钨精密度数据

实验室	水平数	$w_w/\% (n=7)$							平均值 %	标准偏差 S %
		1	2	3	4	5	6	7		
1	1#	0.0026	0.0026	0.0027	0.0024	0.0025	0.0026	0.0024	0.0025	0.00011
	2#	0.0055	0.0054	0.0053	0.0053	0.0051	0.0051	0.0051	0.0053	0.00016
	3#	0.0082	0.0084	0.0084	0.0086	0.0087	0.0086	0.0084	0.0085	0.00017
2	1#	0.0025	0.0023	0.0030	0.0029	0.0027	0.0026	0.0025	0.0026	0.00024
	2#	0.0060	0.0057	0.0054	0.0055	0.0058	0.0058	0.0055	0.0057	0.00021
	3#	0.0089	0.0090	0.0092	0.0093	0.0088	0.0089	0.0088	0.0090	0.00020
3	1#	0.0027	0.0028	0.0028	0.0027	0.0026	0.0029	0.0027	0.0027	0.00010
	2#	0.0055	0.0053	0.0056	0.0055	0.0053	0.0054	0.0055	0.0054	0.00011
	3#	0.0084	0.0084	0.0084	0.0082	0.0081	0.0087	0.0088	0.0084	0.00025
4	1#	0.0024	0.0025	0.0025	0.0025	0.0025	0.0023	0.0025	0.0025	0.00008
	2#	0.0051	0.0051	0.0050	0.0052	0.0052	0.0052	0.0052	0.0051	0.00008
	3#	0.0084	0.0084	0.0084	0.0085	0.0085	0.0085	0.0085	0.0085	0.00005
5	1#	0.0023	0.0023	0.0022	0.0022	0.0024	0.0025	0.0023	0.0023	0.00011
	2#	0.0058	0.0052	0.0056	0.0051	0.0052	0.0053	0.0054	0.0054	0.00025
	3#	0.0083	0.0085	0.0089	0.0084	0.0088	0.0083	0.0086	0.0085	0.00024
6	1#	0.0022	0.0022	0.0022	0.0022	0.0022	0.0022	0.0022	0.0022	0.00000
	2#	0.0055	0.0054	0.0054	0.0053	0.0054	0.0054	0.0052	0.0054	0.00010
	3#	0.0081	0.0081	0.0082	0.0081	0.0081	0.0079	0.0079	0.0081	0.00011
7	1#	0.0025	0.0026	0.0025	0.0025	0.0025	0.0025	0.0025	0.0025	0.00004
	2#	0.0065	0.0066	0.0065	0.0065	0.0066	0.0065	0.0066	0.0065	0.00005
	3#	0.0096	0.0095	0.0095	0.0096	0.0095	0.0095	0.0097	0.0096	0.00008
8	1#	0.0026	0.0025	0.0025	0.0026	0.0025	0.0027	0.0026	0.0026	0.00008
	2#	0.0055	0.0053	0.0054	0.0053	0.0053	0.0054	0.0053	0.0054	0.00008
	3#	0.0088	0.0083	0.0082	0.0085	0.0084	0.0084	0.0084	0.0084	0.00019