

ICS 77.120.01

CCS H 13

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 745.10—202X

铜阳极泥化学分析方法

第10部分：铱和铑含量的测定

镍铈试金-电感耦合等离子体质谱法

Methods for chemical analysis of copper anode slime-

Part 10: Determination of iridium and rhodium contents-

Nickel sulphide fire assay -inductively coupled plasma mass spectrometry

(报批稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-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 745《铜阳极泥化学分析方法》的第10部分。YS/T 745已经发布了以下部分：

- 第1部分：铜量的测定 碘量法；
- 第2部分：金量和银量的测定 火试金重量法；
- 第3部分：铂量和钯量的测定 火试金富集-电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第4部分：硒量的测定 碘量法；
- 第5部分：碲量的测定 重铬酸钾滴定法；
- 第6部分：铅量的测定 Na_2EDTA 滴定法；
- 第7部分：铋量的测定 火焰原子吸收光谱法和 Na_2EDTA 滴定法；
- 第8部分：砷量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第9部分：铈量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第10部分：铈和铈含量的测定 镍铈试金-电感耦合等离子体质谱法；
- 第11部分：铟含量的测定 火焰原子吸收光谱法。

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：紫金铜业有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、铜陵有色金属集团控股有限公司、北矿检测技术有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、金川集团股份有限公司、山西北方铜业有限公司、白银有色集团股份有限公司、长春黄金研究院有限公司。

本文件主要起草人：赖秋祥、刘芳美、廖彬玲、袁水平、巫贞祥、郭杨、胡冬冬、王皓莹、杨建兵、曹玉、吕茜茜、张金媛、纪喜生、俞金生、陈小兰、田卫、张博文、胡银泰、洪博、赵凯。

引言

铜阳极泥是铜冶炼生产过程中产生的主要固体副产物，其中富集多种贵金属、重金属和一些稀散金属。目前铜阳极泥中的金、银、铂、钯等贵金属和砷、铅等重金属已制定相应的行业标准方法，但是铜阳极泥中铈和铈稀散金属含量测定尚未有相应的标准方法。采用行业认可的分析方法测定铈和铈含量，既能有效指导生产企业对铜阳极泥中铈和铈的提炼，又满足贸易结算的需求，其重要性不言而喻。因此，制定了针对铜阳极泥中铈和铈含量测定的分析方法标准。

YS/T 745《铜阳极泥化学分析方法》涵盖了铜阳极泥中各类有价元素测定。YS/T 745.10的建立确立了铜阳极泥中铈和铈含量测定，对于提高铜阳极泥中铈和铈的富集和综合回收利用具有重要作用。

铜阳极泥化学分析方法

第 10 部分：铈和铈含量的测定

镍钨试金-电感耦合等离子体质谱法

警示—使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了铜阳极泥中铈和铈含量的测定方法。

本文件适用于铜阳极泥中铈和铈含量的测定。铈的测定范围：10.00 g/t~300.00 g/t；铈的测定范围：10.00 g/t~500.00 g/t。

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，仅该注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

试样与混合熔剂按比例混合，高温熔融，贵金属通过镍钨捕集，试料中的其他物质与熔剂生成易溶性熔渣。用盐酸溶解镍钨扣，趁热抽滤，沉淀转入封闭消解罐中，加混合酸溶解。在电感耦合等离子体质谱仪上直接测定铈和铈的含量。

5 试剂和材料

除非另有说明，仅使用分析纯及以上纯度的试剂和符合GB/T 6683规定的二级及以上纯度的水。

5.1 碳酸钠：工业纯，粉状。

5.2 碱式碳酸镍（ $\text{NiCO}_3 \cdot 2\text{Ni}(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ）：优级纯，粉状（铈量 ≤ 0.05 g/t，且铈量 ≤ 0.05 g/t；否则，按附录 A 进行提纯）。

5.3 二氧化硅：工业纯，粉状。

5.4 硼砂：工业纯，粉状。

5.5 淀粉：粉状。

5.6 升华硫： $w_S \geq 99.0$ %，粉状。

5.7 覆盖剂（1+1）：一份碳酸钠（5.1）与一份硼砂（5.4）混匀。

5.8 盐酸（ $\rho=1.18$ g/mL），优级纯。

5.9 硝酸（ $\rho=1.42$ g/mL），优级纯。

5.10 盐酸（1+1）。

5.11 盐酸（1+9）。

5.12 硝酸（1+1）。

5.13 混合酸：3 体积盐酸（5.8）、1 体积硝酸（5.9）和 4 体积水混匀，现配现用。

5.14 铱、铑、铼、铱标准贮存溶液 (1000 $\mu\text{g/mL}$)

5.14.1 铱标准贮存溶液：准确称取0.2294 g氯铱酸铵 ($w_{(\text{NH}_4)_2\text{IrCl}_6} \geq 99.99\%$) 溶于盐酸 (5.11)，移入100 mL容量瓶中并用盐酸(5.11)稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1000 μg 铱。

5.14.2 铑标准贮存溶液：准确称取0.3682 g氯铑酸铵 ($w_{(\text{NH}_4)_3\text{RhCl}_6 \cdot 1(1/2)\text{H}_2\text{O}} \geq 99.99\%$) 溶于盐酸 (5.11)，移入100 mL容量瓶中并用盐酸 (5.11) 稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1000 μg 铑。

5.14.3 铼标准贮存溶液：称取0.1000 g金属铼粉 ($w_{\text{Re}} \geq 99.99\%$) 于150 mL烧杯中，加入20 mL盐酸溶液 (5.8)，5 mL硝酸溶液 (5.12)，加热至完全溶解，冷却至室温，移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1000 μg 铼。

5.14.4 铱标准贮存溶液：准确称取0.1118 g经105 $^{\circ}\text{C}$ 烘干2 h的三氧化二铱 ($w_{\text{Ir}_2\text{O}_3} \geq 99.99\%$)，置于烧杯中，加入10 mL硝酸 (5.9)，低温加热至溶解。冷却后移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1000 μg 铱。

注：铱、铑、铼、铱标准贮存溶液 (1000 $\mu\text{g/mL}$) 也可购买有证标准溶液。

5.15 铱和铑混合标准溶液 A：移取 10.00 mL 铱标准贮存溶液 (5.14.1) 和 10.00 mL 铑标准贮存溶液 (5.14.2) 于 100 mL 容量瓶中，加 10 mL 盐酸 (5.8)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含铱和铑各 100 μg 。

5.16 铱和铑混合标准溶液 B：移取 10.00 mL 铱和铑混合标准溶液 A (5.15) 于 100 mL 容量瓶中，加 10 mL 盐酸 (5.8)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含铱和铑各 10 μg 。

5.17 铱和铑混合标准溶液 C：移取 10.00 mL 铱和铑混合标准溶液 B (5.16) 于 100 mL 容量瓶中，加 10 mL 盐酸 (5.8)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含铱和铑各 1 μg 。

5.18 内标元素混合溶液 A：移取 1.00 mL 铼标准贮存溶液 (5.14.3) 和 1.00 mL 铱标准贮存溶液 (5.14.4) 于 100 mL 容量瓶中，加入 2 mL 混合酸 (5.13)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含铼和铱各 10 μg 。

5.19 内标元素混合溶液 B：移取 1.00 mL 内标元素混合溶液 A (5.18) 于 100 mL 容量瓶中，加入 2 mL 混合酸 (5.13)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含铼和铱各 0.1 μg 。现用现配。

5.20 氩气 (体积分数 $\geq 99.99\%$)。

6 仪器设备

6.1 分析天平：感量 0.0001 g。

6.2 试金炉：加热温度不低于 1200 $^{\circ}\text{C}$ 。

6.3 粘土坩锅：材质为耐火粘土，容积为 100 mL 左右。

6.4 铸铁模。

6.5 碎扣装置，推荐碎扣装置示意图参见附录 B。

6.6 温控式电热板：最高温度为 250 $^{\circ}\text{C}$ 。

6.7 封闭消解罐：不锈钢外套，聚四氟乙烯内罐，容积为 50 mL。

6.8 全玻璃微孔滤膜过滤器。

6.9 滤膜：耐强酸水系滤膜，孔径 0.22 μm 。

6.10 电感耦合等离子体质谱仪：质量分辨率优于 1 amu，被测元素和内标元素的测定同位素质量数见表 1，测定模式选择 He 模式或碰撞模式。

表 1 测定同位素的质量数

元素	测定质量数	元素	测定质量数
Ir	191	Rh	103
Tl (内标)	203	Re (内标)	185

6.11 干燥箱：加热温度不低于 250 $^{\circ}\text{C}$ 。

7 样品

- 7.1 样品粒度应不大于 0.098 mm。
7.2 样品应在 100 °C~105 °C 烘干 2 h，并置于干燥器中冷却至室温备用。

8 试验步骤

8.1 试料

称取 0.30 g 样品，精确至 0.0001 g。

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 镍钌试金

8.4.1 熔剂配料

熔剂配料按表 2 中试剂用量配制。

表 2 配料表

单位：g

试剂名称	碳酸钠 (5.1)	碱式碳酸镍 (5.2)	二氧化硅 (5.3)	硼砂 (5.4)	淀粉 (5.5)	升华硫 (5.6)
试剂用量	20	2	8	10	1.0	0.5

8.4.2 熔融

将试料 (8.1) 及熔剂配料 (8.4.1) 置于粘土坩埚 (6.3) 中，搅匀，覆盖约 10 mm 厚覆盖剂 (5.7)，置于 930 °C 的试金炉 (6.2) 中，于 930 °C 下保温 20 min，并继续在约 30 min 内升温至 1130 °C ± 30 °C，保温 15 min (总计熔融时间为 1 h 左右)，出炉。将熔融物倒入已预热过的铸铁模 (6.4) 中。冷却后砸碎熔渣，取出镍钌扣。

8.4.3 镍钌扣的处理

8.4.3.1 用碎扣装置 (6.5) 粉碎镍钌扣直至无明显颗粒，移入 500 mL 烧杯中，加入 300 mL 盐酸 (5.10)，盖上表面皿，置于温控式电热板 (6.6) 上低温加热并保持微沸状态，待溶液澄清且无 H₂S 小气泡冒出为止。

8.4.3.2 用全玻璃微孔滤膜过滤器 (6.8) 趁热将溶液抽滤，用温热的盐酸 (5.11) 洗涤沉淀及烧杯各 5 次~6 次，温热的水洗涤沉淀及烧杯各 3 次~5 次。将沉淀和滤膜 (6.9) 转移至封闭消解罐 (6.7) 中，加入约 20 mL~30 mL 混合酸 (5.13)，置于干燥箱 (6.11) 中升温至 160 °C 并保温消解 2 h~3 h。冷却后开罐，将溶液转移至 200 mL 容量瓶，用水稀释至刻度，混匀，静置澄清。

8.5 测定

8.5.1 按表 3 分取试液进行稀释待测。

表 3 试样分取试液体积和测定体积

Ir、Rh 质量分数 g/t	分取试液体积 mL	测定体积 mL	补加混合酸 (5.13) mL
10.00~65.00	全量	全量	-
>65.00~330.00	10.00	50	10
>330.00~500.00	10.00	100	20

8.5.2 按照仪器操作工作条件，于电感耦合等离子体质谱仪 (6.10) 上采用三通在线加入内标的方式，与系列标准溶液同时测量溶液中各元素的计数，减去随同试料空白溶液的计数，从工作曲线上计算出相应的铱和铑的质量浓度。

8.6 工作曲线的绘制

8.6.1 于一组100 mL容量瓶中加入铈和铈混合标准溶液C (5.17) 0 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、8.00 mL、10.00 mL，各加入20 mL混合酸 (5.13)，以水稀释至刻度，混匀。

8.6.2 采用电感耦合等离子体质谱法 (ICP-MS) 在线加入内标元素混合溶液B (5.19) 校正的方法依次进行测定，以被测元素的强度为纵坐标，被测元素的质量浓度为横坐标，绘制工作曲线。

9 试验数据处理

试料中铈或铈的含量以铈或铈的质量分数 w_x 计，按式 (1) 计算：

$$w_x = \frac{(\rho - \rho_0) \cdot V_0 \cdot V_2}{m \cdot V_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

x —试料中被测元素 (铈或铈)；

ρ —试液中铈或铈的质量浓度，单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)；

ρ_0 —空白试液中铈或铈的质量浓度，单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)；

V_0 —试液的总体积，单位为毫升 (mL)；

V_1 —分取试液的体积，单位为毫升 (mL)；

V_2 —测定试液体积，单位为毫升 (mL)；

m —试料的质量，单位为克 (g)；

计算结果表示到小数点后两位。

10 精密度

精密度数据是在2021年由10家实验室对铈含量7个不同水平样品和铈含量8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铈和铈含量在重复性条件下独立测定7次。测量的原始数据见表C.1和C.2。

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。

表4 重复性限

$w_{\text{Ir}}/(\text{g/t})$	10.20	50.63	85.90	138.66	188.44	250.58	281.43	-
$r_{\text{Ir}}/(\text{g/t})$	1.17	4.91	6.25	12.08	19.73	26.45	28.18	-
$w_{\text{Rh}}/(\text{g/t})$	20.57	83.63	125.85	187.07	204.74	282.31	415.81	492.39
$r_{\text{Rh}}/(\text{g/t})$	2.09	8.65	11.54	15.91	17.28	22.97	30.31	37.49

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求得。

表5 再现性限

$w_{\text{Ir}}/(\text{g/t})$	10.20	50.63	85.90	138.66	188.44	250.58	281.43	-
$R_{\text{Ir}}/(\text{g/t})$	2.18	6.27	9.33	15.42	22.39	28.43	30.36	-
$w_{\text{Rh}}/(\text{g/t})$	20.57	83.63	125.85	187.07	204.74	282.31	415.81	492.39
$R_{\text{Rh}}/(\text{g/t})$	7.22	12.11	17.13	22.83	25.11	31.92	41.81	48.62

11 试验报告

试验报告应至少给出以下几个方面内容：

- 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)

碱式碳酸镍的提纯

A.1 方法提要

混合熔剂按比例混合，高温熔融，铍和铈通过镍铈捕集，溶剂中的其他物质与熔剂生成易熔性熔渣。用盐酸溶解镍铈扣，趁热抽滤，弃去沉淀，将滤液加热析出氯化镍后再加水溶解，通过加入碳酸钠控制溶液pH生成碳酸镍沉淀，不断水洗、离心得到碳酸镍沉淀。

A.2 试验步骤

A.2.1 镍铈试金

熔剂配料按表A.1中试剂用量配制。

表A.1 配料表

单位:g

试剂名称	碳酸钠 (5.1)	碱式碳酸镍 (5.2)	二氧化硅 (5.3)	硼砂 (5.4)	淀粉 (5.5)	升华硫 (5.6)
试剂用量	30	20	15	10	3.0	3.5

A.2.2 熔融

将熔剂配料 (A.2.1) 置于粘土坩埚 (6.3) 中，搅匀，覆盖约10 mm厚覆盖剂 (5.7)，置于930 °C的试金炉 (6.2) 中，于930 °C下保温20 min，并继续在约30 min内升温至1130 °C±30 °C，保温15 min (总计熔融时间为1 h左右)，出炉。将熔融物倒入已预热过的铸铁模 (6.4) 中。冷却后砸碎熔渣，取出镍铈扣。

A.2.3 镍铈扣的处理

A.2.3.1 用碎扣装置 (6.5) 粉碎镍铈扣直至无明显颗粒，移入500 mL烧杯中，加入300 mL盐酸 (5.10)，盖上表面皿，置于温控式电热板 (6.6) 上低温加热并保持微沸状态，待溶液澄清且无H₂S小气泡冒出为止。

A.2.3.2 用全玻璃微孔滤膜过滤器 (6.8) 趁热将溶液抽滤，用温热的盐酸 (5.11) 洗涤沉淀及烧杯各5次~6次，温热的水洗涤沉淀及烧杯各3次~5次。弃去滤膜和沉淀，将滤液加热至氯化镍析出，加水至体积约200 mL，加热搅拌使氯化镍完全溶解，加入碳酸钠溶液至溶液pH值为8，即生成碳酸镍沉淀；离心，弃清液，再水洗碳酸镍，重复离心和水洗步骤直至清液为中性，将碳酸镍置于100 °C~105 °C干燥箱中烘干，磨细备用。

附录 B
(资料性)
碎扣装置

碎扣装置材质：304全实心不锈钢；容量：500 mL；尺寸：罐口内径7.3 cm；罐内深度12.5 cm。



图B.1碎扣装置示意图

注：可使用其他材质和形状的碎扣装置。

附录 C

(资料性)

精密度试验原始数据

精密度数据是在 2021 年由 10 家实验室对铌含量 7 个和铯含量 8 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铌和铯含量在重复性条件下独立测定 7 次。测量的原始数据见表 C.1 和 C.2。

表 C.1 铌精密度试验原始数据

实验室	水平数	$w_{\text{B}}/g/t$						
		1	2	3	4	5	6	7
1	1	10.57	10.70	9.89	9.59	10.18	9.96	10.05
	2	50.57	46.72	51.49	52.26	49.22	49.93	52.27
	3	86.14	87.83	87.48	86.73	85.29	88.57	85.58
	4	137.43	133.87	141.23	143.72	140.25	139.67	143.33
	5	188.89	199.01	189.41	200.48	195.50	185.31	189.90
	6	251.20	239.74	242.22	271.06	254.45	255.63	262.15
	7	279.44	284.62	279.23	286.77	277.99	291.10	274.76
2	1	10.08	10.35	10.24	10.41	10.42	10.24	10.41
	2	48.47*	49.31*	48.56*	48.57*	49.52*	49.62*	47.35*
	3	86.13	86.11	87.41	87.97	87.37	88.71	89.28
	4	137.58	136.63	136.19	146.37	144.32	143.25	143.74
	5	191.99	191.06	188.40	190.84	188.82	194.19	188.02
	6	221.04	230.02	244.73	252.30	260.07	261.16	259.20
	7	286.32	281.39	290.61	295.71	292.26	292.04	292.26
3	1	9.89	10.33	9.63	9.99	9.34	10.48	10.76
	2	51.30	51.00	48.49	50.60	48.87	52.89	49.26
	3	86.91	86.55	85.73	85.02	82.19	81.03	85.22
	4	141.30	132.90	129.52	133.55	129.65	140.33	131.85
	5	191.61	199.32	193.44	193.88	213.70	184.55	190.45
	6	236.66	262.83	237.32	258.96	243.10	264.36	254.79
	7	280.24	294.05	291.17	271.58	288.30	294.17	282.94
4	1	9.05	9.82	9.24	9.10	9.06	10.05	9.21
	2	52.48	52.30	48.37	50.24	49.16	51.26	49.77
	3	81.00	89.77	86.92	87.11	82.12	84.32	83.64
	4	133.90	136.60	139.90	139.93	135.24	145.56	143.17
	5	186.54	185.53	178.24	192.77	180.21	187.59	189.07

表 C.1 铀精密度试验原始数据 (续)

	6	242.31	237.07	236.65	259.67	242.85	247.65	250.24
	7	272.36**	313.78**	286.25**	268.45**	276.24**	294.89**	291.49**
5	1	10.51	10.38	11.50	10.59	11.08	10.84	11.03
	2	54.33	53.85	55.25	50.14	52.22	55.44	56.28
	3	85.66	89.55	86.43	87.89	84.25	90.44	88.42
	4	137.24	136.53	148.70	145.24	143.83	143.22	141.38
	5	191.52	192.13	187.42	193.47	196.43	195.62	192.51
	6	247.93	250.92	255.48	252.24	254.04	240.93	242.20
	7	279.43	285.73	281.28	286.44	285.04	286.53	274.91
6	1	10.62	10.62	11.47	11.60	10.64	12.10	11.70
	2	47.72	49.92	49.92	48.52	51.84	51.23	52.36
	3	86.87	85.22	90.95	91.29	88.67	86.90	89.75
	4	140.68	144.72	146.45	135.15	135.15	140.45	134.66
	5	187.25	184.46	194.76	206.66	205.79	190.92	183.49
	6	242.67	237.84	249.99	251.54	267.91	255.00	263.70
	7	278.33	290.94	279.64	286.68	286.18	270.22	288.62
7	1	7.96**	10.15**	9.55**	11.16**	9.33**	8.61**	9.28**
	2	42.92**	43.76**	49.87**	49.70**	48.32**	39.99**	39.22**
	3	87.59**	87.33**	92.67**	76.83**	72.26**	78.52**	81.23**
	4	110.20**	129.79	139.13	132.75	128.74	133.65	138.25
	5	176.22*	157.09*	188.49*	188.32*	168.20*	166.76*	165.89*
	6	196.23**	235.32**	207.98**	185.72**	204.48**	206.65**	209.26**
	7	237.14**	245.99**	238.67**	240.82**	257.75**	256.90**	280.35**
8	1	9.34	9.08	10.03	8.87	8.82	8.85	8.67
	2	50.54	49.85	47.43	45.78	50.70	46.17	51.49
	3	83.08*	76.99*	77.70*	75.30*	78.47*	85.52*	81.18*
	4	128.37	125.81	130.16	124.28	130.67	131.43	139.47
	5	179.20	179.94	184.86	168.23	161.51	178.99	168.54
	6	243.27	243.52	242.53	236.08	245.44	238.86	221.62**
	7	250.25	269.21	260.68	261.12	262.17	258.61	250.37
9	1	10.79	10.27	9.71	9.69	10.31	10.11	9.82
	2	50.76	49.36	53.77	52.71	49.73	48.09	53.41
	3	87.75	87.46	88.93	85.63	86.55	86.94	85.95
	4	140.11	130.77	141.07	146.94	139.01	140.18	140.58

表 C.1 铌精密度试验原始数据 (续)

	5	193.06	200.84	187.10	195.68	189.01	190.10	186.75
	6	265.10	247.33	251.92	258.72	264.34	260.02	263.00
	7	285.98	287.34	282.83	280.25	284.98	283.88	280.41
10	1	10.82	10.32	10.15	10.78	11.08	10.65	10.42
	2	52.44	51.98	52.08	50.55	50.67	51.75	51.59
	3	87.23	85.35	87.63	86.57	85.45	88.13	83.32
	4	143.70	142.86	140.96	140.68	142.35	139.35	138.12
	5	198.96	197.65	192.35	190.56	195.58	193.92	196.19
	6	257.92	257.89	252.15	250.68	256.18	255.52	253.44
	7	288.33	286.65	285.39	285.47	289.12	278.12	281.82

表 C.2 铈精密度试验原始数据

实验室	水平数	$w_{\text{m}}/g/t$						
		1	2	3	4	5	6	7
1	1	88.01	84.42	84.49	89.18	85.02	80.73	84.62
	2	126.45	119.72	131.63	135.64	124.91	127.38	135.23
	3	187.76	192.47	193.48	191.36	190.82	200.25	193.55
	4	205.46	215.24	217.21	219.09	213.22	205.85	222.92
	5	278.16	296.92	286.38	296.34	288.36	273.26	281.25
	6	425.37	407.96	410.13	416.63	428.08	432.64	444.88
	7	487.50	504.59	497.72	513.90	496.59	517.62	489.16
	8	21.65	20.17	20.22	20.95	22.66	21.98	22.21
2	1	84.28	86.22	85.74	85.86	85.88	85.43	84.62
	2	123.64	128.21	124.56	127.00	128.02	126.84	127.61
	3	191.78	193.20	193.84	193.22	191.95	192.83	192.38
	4	198.58	195.51	193.08	214.55	209.02	212.83	213.04
	5	286.98	283.72	287.69	286.91	283.08	290.48	289.83
	6	421.29	427.21	447.36**	419.46	430.04	425.65	429.13
	7	507.85	509.98	492.99	499.55	501.08	510.08	509.85
	8	20.79	21.41	20.78	21.10	20.30	20.04	20.86
3	1	91.21	80.07	82.44	84.20	85.50	83.43	86.57
	2	117.93	129.04	129.68	121.45	124.51	122.32	116.09
	3	189.39	193.83	186.52	185.24	185.07	187.62	184.08
	4	219.30	200.29	210.41	221.27	195.93	208.83	196.43

表 C.2 铈精密度试验原始数据 (续)

	5	282.70	270.51	293.87	287.41	296.92	288.17	298.38
	6	419.43	430.9	442.43	438.01	425.71	425.97	414.87
	7	512.55	484.91	500.62	491.78	494.27	496.68	519.66
	8	17.72	15.59	15.71	15.89	16.86	16.38	16.19
4	1	91.03	86.36	83.15	79.56	84.22	92.26	88.77
	2	136.36*	128.37*	117.28*	135.24*	112.41*	121.45*	127.89*
	3	187.39	193.44	178.03	177.56	182.47	194.56	186.74
	4	202.57	199.16	197.56	186.45	192.24	204.47	216.87
	5	283.87	293.17	272.56	265.22	292.36	278.69	276.89
	6	421.41	417.84	403.67	394.52	399.28	416.47	428.74
	7	469.50	485.12	492.22	472.34	482.48	471.23	468.89
	8	20.66	20.22	20.73	20.22	18.03	21.03	20.93
5	1	81.83	82.92	85.65	83.36	88.61	82.42	88.50
	2	117.23	122.32	119.68	123.76	116.74	120.43	124.24
	3	165.84	163.46	167.33	169.33	176.68	172.23	168.50
	4	193.24	189.72	186.08	191.71	186.53	195.42	197.22
	5	256.43	259.62	262.22	275.48	263.52	266.22	257.58
	6	398.33	384.82	386.12	393.08	387.48	395.93	405.28
	7	450.13	454.08	456.93	467.63	473.83	463.64	475.80
	8	19.48	18.98	18.55	17.22	17.30	18.14	19.22
6	1	81.01	80.35	83.79	86.18	83.11	86.44	85.12
	2	115.14	114.48	118.31	126.29	121.93	126.25	127.28
	3	197.01*	195.22*	196.12*	174.43*	185.45*	202.50*	191.56*
	4	192.40	196.42	196.42	202.10	213.58	218.38	210.45
	5	293.84	293.04	297.31	300.70	289.14	285.26	291.22
	6	417.20	419.92	407.10	410.23	426.10	430.55	401.65
	7	496.82	486.09	484.04	499.04	515.00	489.24	490.10
	8	19.12	19.19	19.24	18.63**	19.14	19.11	18.94
7	1	80.68	75.72	85.76	76.00	80.89	89.44	81.83
	2	129.30	130.10	122.05	118.15	122.86	138.70	135.55
	3	207.27**	207.18**	223.10**	191.29**	194.20**	226.39**	194.55**
	4	217.87**	198.75**	217.36**	221.54**	239.48**	191.90**	198.80**
	5	301.62**	311.62**	308.10**	301.32**	278.61**	310.65**	253.90**
	6	399.74**	442.89**	417.83**	399.70**	406.15**	373.44**	371.22**

表 C.2 铈精密度试验原始数据 (续)

	7	424.52**	421.34**	432.61**	485.37**	394.23**	464.45**	484.40**
	8	20.69**	17.25**	21.01**	17.21**	20.87	20.67	20.82
8	1	70.70	76.77	78.59	74.28	79.31	74.89	72.69
	2	145.75**	150.46**	138.15**	149.30**	145.89**	151.46**	148.23**
	3	181.37	184.38	184.08	173.32	175.78	191.60	171.02
	4	191.43	195.85	201.93	203.37	190.99	185.98	191.44
	5	270.30	262.86	288.84	269.88	282.24	275.00	271.69
	6	402.57	391.65	402.22	397.96	411.17	429.92	405.44
	7	496.25	482.05	473.91	508.01	479.70	474.92	493.56
	8	25.49	24.08	24.05	24.29	24.05	25.23	24.10
9	1	87.81	85.73	86.03	89.26	84.77	84.13	82.65
	2	122.76	122.81	131.62	133.42	125.02	133.31	128.67
	3	191.07	191.66	194.26	185.64	185.41	196.87	196.31
	4	211.24	219.62	224.44	221.84	212.92	206.07	217.89
	5	271.93	297.89	281.79	296.32	290.09	282.23	288.80
	6	416.85	422.95	399.74	400.13	438.98	434.76	432.28
	7	479.72	509.71	485.14	505.43	491.83	517.69	485.78
	8	20.14	21.28	21.85	21.67	20.18	20.83	22.03
10	1	82.84	83.56	81.86	83.48	85.62	83.65	82.87
	2	128.08	128.45	130.48	132.34	133.78	132.36	127.88
	3	192.35	188.65	189.95	192.44	196.45	190.58	195.56
	4	209.88	203.56	209.54	211.75	212.65	208.48	210.44
	5	279.42	283.84	285.34	283.53	276.56	285.48	279.48
	6	410.56	418.62	415.65	420.55	425.35	421.42	419.68
	7	508.47	509.65	509.66	502.08	511.36	501.24	511.46
	8	23.65	20.56**	23.46	24.12	23.58	22.88	22.76

注：标注*为经实验室内或实验室间检验为歧离值的数据，标注**为经实验室内或实验室间检验为离群值的数据。