

202×-××-××实施

202×-××-××发布

镍合金化学分析方法

第9部分：总硼含量的测定

姜黄素分光光度法

Methods for chemical analysis of nickel alloys—

Part 9: Determination of total boron content—

Curcumin molecular absorption spectrometric method

(ISO 11436:1993, Nickel and nicke1 alloys—

Determination of total boron content—

 Curcumin molecular absorption spectrometric method,MOD）

  **(送审稿)**

**中华人民共和国国家标准**

ICS 77.120.40 CCS H 13

GB/T 42513.9-202X

发布

**国家市场监督管理总局**

**国家标准化管理委员会**

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 GB/T 42513《镍合金化学分析方法》的第 9 部分。GB/T 42513已经发布了以下部分：

——第 1 部分：铬含量的测定 硫酸亚铁铵电位滴定法；

——第 2 部分：磷含量的测定 钼蓝分光光度法；

——第 3 部分：铝含量的测定 一氧化二氮-火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第 4 部分：硅含量的测定 一氧化二氮-火焰原子吸收光谱法和钼蓝分光光度法；

——第 5 部分：钒含量的测定 一氧化二氮-火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第 6 部分：钼含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第 7 部分：钴、铬、铜、铁和锰含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第 8 部分：铌含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第 9部分：总硼含量的测定 姜黄素分光光度法。

本文件修改采用ISO 11436:1993《镍和镍合金 总硼含量的测定 姜黄素分光光度法》。

本文件与ISO 11436:1993相比，在结构上有较多调整。两个文件之间的结构编号变化对照一览表见附录A。

本文件与 ISO 11436:1993相比，存在较多技术性差异，在所涉及的条款外侧页边空白位置用垂直单线（｜）进行了标示。相应技术性差异及其原因一览表见附录 B 。

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。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本文件主要起草单位：河北河钢材料技术研究院有限公司、洛阳船舶材料研究所（中国船舶集团有限公司第七二五研究所）、广东省科学院工业分析检测中心、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、北矿检测技术股份有限公司、金川集团股份有限公司、大冶有色设计研究院有限公司、铜陵有色金属集团控股有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、江西铜业铅锌金属有限公司、中国检验认证集团广东有限集团黄埔分公司。

本文件主要起草人：

引 言

镍合金普遍用于仪器仪表、电子通信、压力容器、耐蚀装置，广泛用于航天航空以及高端特殊用途的机器设备制造等工业，是工业发展重要的金属原料之一。镍合金化学分析方法国际标准已经存在数十年，随着我国工业进步，对高端金属材料镍合金的生产和进出口需求增大，为此，将国际标准转化为国家标准对助力有色工业发展升级和国内制造业发展具有重要意义。GB/T 42513旨在建立一套完整且切实可行的检验镍合金中铬、磷、铌、钼、铝、钒、硅、钴、铜、硼等元素的标准方法，转化以下国际标准：

—— ISO 7592:2017 镍合金 铬含量的测定 硫酸亚铁铵电位滴定法；

—— ISO 9388:1992 镍合金 磷含量的测定 钼蓝分子吸收光谱法；

—— ISO 7530-7:1992 镍合金 火焰原子吸收光谱分析第7部分：铝含量的测定；

—— ISO 7530-8:1992 镍合金 火焰原子吸收光谱分析第8部分：硅含量的测定；

—— ISO 7530-9:1993 镍合金 火焰原子吸收光谱分析第9部分：钒含量的测定；

—— ISO 11435:2011 镍合金 钼含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

—— ISO 7530-1:2015 镍合金 火焰原子吸收光谱分析第1部分：钴、铬、铜、铁和锰的测定；

—— ISO 22033:2011 镍合金 铌含量的测定 电感耦合等离子体/原子发射光谱法；

—— ISO 11436:1993 镍和镍合金 总硼含量的测定 姜黄分子吸收光谱法。

GB/T 42513《镍合金化学分析方法》拟由13个部分组成：

——第 1 部分：铬含量的测定 硫酸亚铁铵电位滴定法；

——第 2 部分：磷含量的测定 钼蓝分光光度法；

——第 3 部分：铝含量的测定 一氧化二氮-火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第 4 部分：硅含量的测定 一氧化二氮-火焰原子吸收光谱法和钼蓝分光光度法；

——第 5 部分：钒含量的测定 一氧化二氮-火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第 6 部分：钼含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第 7 部分：钴、铬、铜、铁和锰含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第 8 部分：铌含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第 9 部分：总硼含量的测定 姜黄素分光光度法；

——第 10 部分：痕量元素含量的测定 辉光放电质谱法；

——第 11 部分：硅、锰、磷、铬、镍、铜、钼、钴、铁、铝、钒、钛、钨和铌含量的测定 X射线荧光光谱法；

——第 12 部分：钽含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第13部分：氧、氮和氢含量的测定 惰性气体熔融-热导法/红外吸收法。

本文件可以确保国家标准的先进性，促进我国镍合金检测技术的进步，保证行业从业人员在生产、应用、科研、检测过程中有标准可依，填补我国在镍合金中硼含量的测定化学分析方法的空白。

镍合金化学分析方法

第 9 部分：总硼含量的测定

姜黄素分光光度法

警告——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保护措施，并符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件描述了用姜黄素分光光度法测定镍合金中总硼含量的方法。

本文件适用于镍合金中总硼含量的测定，测定范围（质量分数）：0.0010% ～ 0.030%。

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 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/T6379.2-2004，ISO 5725-2: 1994，IDT）

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

将试料溶于盐酸和硝酸中，在不低于290 ℃的温度下，用磷酸和硫酸熏制试液30 min，分解惰性硼化合物（例如氮化硼）。在硫酸-冰醋酸介质中形成姜黄素硼配合物，并在543 nm的波长下测量其吸光度。

5 试剂

除非另有说明，在分析过程中仅使用认可的优级纯及以上纯度的试剂和蒸馏水或相当纯度的水。

5.1 盐酸（*ρ* = 1.18 g/mL）。

5.2 硫酸（*ρ* = 1.84 g/mL）。

5.3 硝酸（*ρ* = 1.41 g/mL）。

5.4 磷酸（*ρ* = 1.71 g/mL）。

5.5 次亚磷酸钠（NaH2PO2 ·H2O）。

5.6 冰醋酸（*ρ* =1.05 g/mL）。

此试剂中不得含有乙醛。

乙醛测试程序：将20 mL冰醋酸转移到50 mL烧杯中，然后加入1 mL高锰酸钾溶液（1 g/L）。若不存在乙醛，颜色不会在10 min内消失；若存在乙醛，则在15 min后将形成容易看到的棕色。

5.7 硫酸—冰醋酸混合酸（1+1）：在流动水冷却和搅拌的同时，将硫酸（5.2）缓慢加入等体积的冰醋酸（5.6）中。此溶液应现用现配。

5.8 醋酸盐缓冲溶液：将 225 g 醋酸铵溶于 400 mL 水中，加入 300 mL 醋酸（5.6），采用中速滤纸过滤，移入 1000 mL塑料容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，贮存于聚乙烯瓶中。

5.9 氟化钠溶液：称取 4 g 氟化钠（NaF） ，溶解于 100 mL 水中，混匀。

5.10 硼标准贮存溶液（100 μg/mL）：称取 0.2858 g 硼酸（H3BO3），精确至0.0001g，置于 100 mL 烧杯中，加入少量水溶解，移入 500 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL含 100 μg 硼，贮存于聚乙烯瓶中。

5.11 硼标准溶液（10 μg/mL）：移取 10.0 mL 硼标准贮存溶液（5.10）于 100 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度线，混匀，此溶液 1 mL 含 10 μg 硼，贮存于聚乙烯瓶中。

5.12 姜黄素溶液：称取 0.125 g 姜黄素（[C₂₁H₂₀O₆](https://cn.bing.com/search?q=%e5%a7%9c%e9%bb%84%e7%b4%a0&FORM=SNAPST&filters=sid:"d8b24d13-f9df-87c9-3c67-35b2edb6e709"" \t "https://cn.bing.com/_blank)）置于 100 mL 聚乙烯或石英烧杯中，加入 60 mL 冰醋酸（5.6）溶解，冷却后转移100mL 塑料容量瓶中，以冰醋酸（5.6）稀释至刻度，混匀。此溶液应现用现配。

6 仪器

使用的所有玻璃容器和容量瓶，应先用冰醋酸（5.6）冲洗，再用水冲洗，最后干燥。

6.1 石英锥形瓶，100 mL ，带石英或聚丙烯盖子。

6.2 塑料容量瓶，容积 50 mL、100 mL、500 mL、1000 mL。

6.3 所有玻璃量具都应符合GB/T 12808中的A级要求。

6.4 分光光度计，543 nm 波长处的光谱带宽不大于10 nm，波长示值误差不大于2 nm，最大吸光度溶液所测得吸光度的相对标准偏差应不大于± 0.3％。波长示值误差采用氧化钬滤光片在 536 nm 处的最大吸收值或通过其他合适的校准方法测得。

7 样品

7.1 样品的取样和制备应按买卖双方对协议程序进行，在发生争议时，按照相关国家标准进行。

7.2 样品采用铣削或钻孔的形式，不需要进一步的制备。

7.3 若样品被铣削或钻孔过程中产生的油或油脂污染，应用高纯度丙酮清洗，并在空气中干燥。

7.4 若样品中含有颗粒或颗粒大小差异较大的碎片，则测试样品应采用随机分样器分取。

8 试验步骤

8.1 试料

硼质量分数小于 0.015%时， 称取 0.5 g样品，精确至 0.0001 g。硼质量分数大于 0.015%时， 称取 0.25 g样品，精确至 0.0001 g。

8.2 空白试验

随同试料进行空白试验。

8.3 测定次数

平行做两份试验，取其平均值。

8.4 测定

8.4.1 将试料（8.1）置于 100 mL 石英锥形瓶（6.1）中，加入10 mL盐酸（5.1）和5 mL硝酸（5.3），盖上盖子，并置于室温直至溶解完毕或反应停止，以避免较高温度下可能损失硼。如试料难以溶解时，可进行搅拌。

注1： 对于难溶的镍合金，可在加入盐酸后反复加入2mlH2O2至无剧烈反应，低温蒸至近干，重复加入10mL盐酸和2mlH2O2至样品溶解（样品颗粒肉眼不可见）。

8.4.2 小心加入10 mL 磷酸（5.4）和 5 mL 硫酸（5.2），加热直至冒硫酸烟，盖好盖子，于290℃继续加热 30 min。取下锥形瓶，冷却至室温。加入 30 mL水温热并搅拌至溶解。

注2： 需保证每个锥形瓶的温度均保持在290℃~320℃。

8.4.3 加入 5 mL 盐酸（5.1）并缓慢煮沸，再加入 3 g 次亚磷酸钠（5.5）并缓缓煮沸 15 min后，冷却至室温，移入50 mL塑料容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

注3： 含铜样品制备的试液可能会出现沉淀。如在溶液分取前出现，则该沉淀不干扰测定。

8.5 补偿溶液

移取 1.0 mL 试液（8.4.3）转入 100 mL 干燥塑料容量瓶内，加入0.2 mL氟化钠溶液（5.9）。小心旋转少量溶液并静置1h。继续按照 8.6.2 指示显色。

注4： 因姜黄素络合溶液和补偿溶液应同时测量，该溶液宜在显色步骤开始前制备。

8.6 显色

8.6.1 移取 1.0 mL 试液（8.4.3）转入 100 mL 干燥塑料容量瓶内。

8.6.2 向两个塑料容量瓶（8.5和 8.6.1）中，依次添加以下试剂，每次添加后通过旋转混匀并避免接触塞子。

1. 6.0 mL硫酸—冰醋酸混合酸（5.7），移液器避免接触容量瓶的颈部和侧面。
2. 6.0 mL姜黄素溶液（5.12），加塞，静置 2.5 h，使完全显色。
3. 1.0 mL磷酸（5.4），摇晃并静置 30 min以稳定显色。
4. 30.0 mL醋酸盐缓冲溶液（5.8），溶液开始变成橙色，加塞摇晃，再静置15 min。

注5：为确保在加入醋酸盐缓冲溶液并准确放置15分钟后可对所有溶液进行光度测量，宜将溶液分为六个测量系列。如果不严格按照规定时间，可能会因溶液浑浊而得到错误结果。

8.7 光度测量

8.7.1 将含硼姜黄素络合物试液（8.6.1至8.6.2）和相应的补偿溶液（8.5至8.6.2）移入1 cm 吸收皿中，以水为基准，采用分光光度计在 543 nm 的波长下测量吸光度。

8.7.2 含硼姜黄素络合物试液的吸光度减去试液补偿液的吸光度。

8.8 工作曲线的绘制

8.8.1 分别移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL硼标准溶液（5.11） 至六个 100 mL 石英锥形瓶中，按照8.4.1至8.7（省略8.5）操作。

注6：因校准溶液均有相同的基体，因此不必准备补偿溶液（8.5）。

8.8.2 以标准溶液中硼的质量（μg）为横坐标，以减去“零点”的吸光度为纵坐标，绘制校准曲线。

9 试验数据处理

利用校准曲线（8.8.2）将试液的净吸光度转换为硼的质量，以 μg 表示。

硼含量*w*B 以质量分数计，按公式（1）计算：

 *w*B = (1)

式中：

*m*1—试液中硼的质量，单位为微克（μg）；

*m*2—空白试验中硼的质量，单位为微克（μg）；

*m*—试料的质量，单位为克（g）。

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试值，在表1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*）情况不超过5 %。重复性限（*r*）按照 GB/T 6379.2 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C 。

表1 重复性限（r）

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *ω*B/% | 0.0013  | 0.0055  | 0.012  | 0.017  | 0.025  | 0.028  |
| *r*/% | 0.00020  | 0.00055  | 0.00093  | 0.0012 | 0.0015  | 0.0017 |

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试值，在表1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*）情况不超过5 %。再现性限（*R*）按照 GB/T 6379.2 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C 。

表2 再现性限（R）

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *ω*B/% | 0.0013  | 0.0055  | 0.012  | 0.017  | 0.025  | 0.028  |
| *R*/% | 0.00022  | 0.00059  | 0.00099  | 0.0013  | 0.0016 | 0.0018  |

11 试验报告

试验报告应至少给出以下内容：

*——* 试验对象；

*——* 本文件编号；

*——* 分析结果及其表示；

*——* 与基本分析步骤对差异；

*——* 观察到的异常现象；

*——* 试验日期。

附 录 A

(资料性）

本文件与ISO 11436:1993结构编号对照一览表

表A.1给出了本文件与ISO 11436:1993结构编号对照一览表。

表A.1 本文件与 ISO 11436:1993 结构编号对照情况

|  |  |
| --- | --- |
| 本文件结构编号 | ISO 11436:1993结构编号 |
| 1 | 1 |
| 2 | 2 |
| 3 | - |
| 4 | 3 |
| 5 | 4 |
| 5.1 | 4.1 |
| 5.2 | 4.2 |
| 5.3 | 4.3 |
| 5.4 | 4.4 |
| 5.5 | 4.5 |
| 5.6 | 4.6 |
| 5.7 | 4.7 |
| 5.8 | 4.8 |
| 5.9 | 4.9 |
| 5.10 | 4.10 |
| 5.11 | 4.11 |
| 5.12 | 4.12 |
| 6 | 5 |
| 6.1 | 5.1 |
| - | 5.2 |
| 6.2 | 5.3 |
| - | 5.4 |
| 6.3 | - |
| 6.4 | 5.5 |
| 7 | 6 |
| 7.1 | 6.1 |
| 7.2 | 6.2 |
| 7.3 | 6.3 |
| 7.4 | 6.4 |
| 8 | 7 |

表A.1 本文件与 ISO 11436:1993 结构编号对照情况(续)

|  |  |
| --- | --- |
| 本文件结构编号 | ISO 11436:1993结构编号 |
| - | 7.1 |
| 8.1 | 7.2 |
| 8.1 | 7.2.1 |
| 8.2 | 7.6 |
| 8.3 | 7.8 |
| 8.4.1 | 7.2.2 |
| 8.4.2 | 7.2.3 |
| 8.4.3 | 7.2.4 |
| 8.5 | 7.3 |
| 8.6 | 7.4 |
| 8.6.1 | 7.4.1 |
| 8.6.2 | 7.4.2 |
| 8.7 | 7.5 |
| 8.7.1 | 7.5.1 |
| 8.7.2 | 7.5.2 |
| 8.8 | 7.7 |
| 8.8.1 | 7.7.1 |
| 8.8.2 | 7.7.2 |
| 9 | 8 |
| 9 | 8.1 |
| 9 | 8.1.1 |
| 9 | 8.1.2 |
| 10 | 8.2.1 |
| - | 8.2.2 |
| 11 | 9 |
| - | 附录A |
| 附录A | - |
| 附录B | - |
| 附录C | 8.2.1 |

附 录 B

(资料性）

本文件与ISO 11436:1993技术差异及其原因

表B.1给出了本文件与ISO 11436:1993技术差异及其原因的一览表。

表B.1 本文件与 ISO 11436:1993 技术差异及原因

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 本文件结构编号 | 技术差异 | 原因 |
| 1 | 将测定范围由“0.0004%～0.024%”修改为“0.0010%～0.030%”，删除了“本文件适用于镍”等表述 | 提高本方法对含硼的镍合金品种的适用性 |
| 2 | 用规范性引用的 GB/T 6379 替代了ISO 5725，两个文件之间的一致性程度为非等效增加引用我国标准 GB/T12808 | 以适应我国的试验技术条件，增加可操作性和计算结果的统一性，便于重新组织精密度试验进行数据统计 |
| 4 | 用“试料”代替原理中“制备好的屑状或粉末状样品” | 适合我国标准文件编制要求 |
| 5 | 用“分析纯及以上纯度的试剂（硼含量低于0.1μg/g）”代替试剂中“分析纯试剂” | 对试剂要求更加详细 |
| 5.11 | 将硼标准溶液的质量浓度由“2 μg/mL”更改为“10 μg/mL” | 提高可操作性，减小误差 |
| 6 | 删除了原文件中“5.2铝合金块”部分 | 适应加热保温装置发展 |
| 6.2 | 删除了原文件中“5.4 塑料瓶”部分 | 与原文件“5.3 容量瓶”部分内容重合，将其进行整合，适合我国标准文件编制要求 |
| 8 | 删除了原文件中“7.1铝块的准备”部分 | 适应加热保温装置发展 |
| 8.7 | 用“1cm比色皿”代替光谱测量中“2cm比色皿”。 | 使用用1cm比色皿测量的吸光度范围更稳定 |
| - | 删除了原文件中“7.7.1中表1”部分，补充至现8.8.1文字内容 | 不再使用表格进行描述 |
| 10 | 1. 将原文件中“9.2允许差”部分修改为“10 精密度部分”，删除了原文件中的实验室测试数据与统计分析数据。
2. 增加组织精密度试验规范要求的描述，增加重复性和再现性数据统计结果。
 | 重新组织国内精密度试验，用国内标准GB/T6379确定方法计算精密度，数据统计结果适合我国标准文件编制要求 |
| - | 将文中质量分数单位统一为% | 符合我国标准文件编制要求 |
| 11 | 修改试验报告内容 | 符合我国标准文件编制要求 |

附 录 C

(资料性）

精密度试验原始数据

精密度数据是在2024年由 13 家实验室对硼含量的 6 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硼含量在重复性条件下独立测定 4 次。精密度试验所用试样组成列于表C.1。精密度试验结果的原始数据见表C.2。

表C.1 精密度试验用样品信息

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 样品编号 | 元素含量（质量分数）/% | 备注 |
| Al | Co | Cr | Fe | Mn | W | Si | Ti | Mo | Nb | B |
| 镍合金1# | 0.7 | - | - | - | - | - | - | 0.00011 | - | - | 0.0013  | 标样 |
| 镍合金2# | 1.78 | 0.019 | 15.52 | 7.15 | 0.4 | - | 0.058 | 2.48 | 0.1 | 1.03 | 0.0055  | 控样 |
| 镍合金3# | 4.85 | - | 14.25 | - | 0.15 | 6.05 | 0.17 | 2.96 | 2.02 | - | 0.012  | 标样 |
| 镍合金4# | 2.27 | 19.73 | 15.13 | 1.07 | 0.92 | - | 0.008 | 1.32 | 5.57 | - | 0.017 | 标样 |
| 镍合金5# | 3.56 | - | 16.02 | 4.09 | 0.45 | 6.93 | 0.59 | 2.29 | 4.04 | - | 0.025  | 标样 |
| 镍合金6# | 0.7 | 14.87 | 9.60 | 0.48 | - | 5.82 | - | 1.83 | 5.45 | - | 0.028  | 标样 |
| 注：“-”表示未关注该元素。 |

表C.2 精密度试验原始数据

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 实验室 | *n* | 硼的质量分数/% |
| 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 |
| 1 | 1 | 0.00130  | 0.00531  | 0.0120  | 0.0172  | 0.0258  | 0.0290  |
| 2 | 0.00125  | 0.00550  | 0.0118  | 0.0171  | 0.0256  | 0.0289  |
| 3 | 0.00123  | 0.00545  | 0.0115  | 0.0171  | 0.0254  | 0.0287  |
| 4 | 0.00131  | 0.00530  | 0.0122  | 0.0173  | 0.0257  | 0.0290  |
| 2 | 1 | 0.00116  | 0.00518  | 0.0114  | 0.0165  | 0.0256  | 0.0286  |
| 2 | 0.00132  | 0.00524  | 0.0113  | 0.0167  | 0.0260  | 0.0283  |
| 3 | 0.00134  | 0.00532  | 0.0117  | 0.0175  | 0.0257  | 0.0290  |
| 4 | 0.00121  | 0.00536  | 0.0115  | 0.0168  | 0.0250  | 0.0287  |
| 3 | 1 | 0.00121  | 0.00537  | 0.0119  | 0.0180  | 0.0259  | 0.0293  |
| 2 | 0.00126  | 0.00572  | 0.0123  | 0.0183  | 0.0257  | 0.0295  |
| 3 | 0.00124  | 0.00566  | 0.0128  | 0.0185  | 0.0258  | 0.0297  |
| 4 | 0.00122  | 0.00558  | 0.0121  | 0.0184  | 0.0263  | 0.0291  |
| 4 | 1 | 0.00119  | 0.00558  | 0.0122  | 0.0185  | 0.0262  | 0.0286  |
| 2 | 0.00122  | 0.00538  | 0.0121  | 0.0180  | 0.0258  | 0.0282  |
| 3 | 0.00123  | 0.00542  | 0.0131  | 0.0178  | 0.0265  | 0.0287  |
| 4 | 0.00120  | 0.00540  | 0.0123  | 0.0172  | 0.0267  | 0.0284  |

表C.2 精密度试验原始数据（续）

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 实验室 | n | 硼的质量分数/% |
| 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 |
| 5 | 1 | 0.00127  | 0.00521  | 0.0119  | 0.0179  | 0.0253  | 0.0292  |
| 2 | 0.00127  | 0.00532  | 0.0121  | 0.0181  | 0.0254  | 0.0276  |
| 3 | 0.00125  | 0.00518  | 0.0121  | 0.0179  | 0.0254  | 0.0282  |
| 4 | 0.00125  | 0.00542  | 0.0119  | 0.0180  | 0.0255  | 0.0278  |
| 6 | 1 | 0.00146  | 0.00556  | 0.0121  | 0.0178  | 0.0254  | 0.0284  |
| 2 | 0.00129  | 0.00552  | 0.0125  | 0.0174  | 0.0258  | 0.0291  |
| 3 | 0.00150  | 0.00560  | 0.0119  | 0.0183  | 0.0257  | 0.0297  |
| 4 | 0.00134  | 0.00544  | 0.0123  | 0.0181  | 0.0251  | 0.0292  |
| 7 | 1 | 0.00126  | 0.00568  | 0.0119  | 0.0168  | 0.0262  | 0.0292  |
| 2 | 0.00132  | 0.00576  | 0.0121  | 0.0170  | 0.0252  | 0.0285  |
| 3 | 0.00134  | 0.00571  | 0.0123  | 0.0191  | 0.0246  | 0.0293  |
| 4 | 0.00128  | 0.00568  | 0.0123  | 0.0185  | 0.0255  | 0.0278  |
| 8 | 1 | 0.00132  | 0.00551  | 0.0125  | 0.0177  | 0.0262  | 0.0289  |
| 2 | 0.00146  | 0.00554  | 0.0118  | 0.0174  | 0.0249  | 0.0282  |
| 3 | 0.00129  | 0.00561  | 0.0119  | 0.0168  | 0.0261  | 0.0295  |
| 4 | 0.00133  | 0.00564  | 0.0121  | 0.0169  | 0.0254  | 0.0285  |
| 9 | 1 | 0.00141  | 0.00578  | 0.0119  | 0.0186  | 0.0254  | 0.0288  |
| 2 | 0.00122  | 0.00564  | 0.0119  | 0.0191  | 0.0252  | 0.0286  |
| 3 | 0.00134  | 0.00536  | 0.0120  | 0.0178  | 0.0252  | 0.0285  |
| 4 | 0.00132  | 0.00568  | 0.0122  | 0.0184  | 0.0251  | 0.0284  |
| 10 | 1 | 0.00135  | 0.00568  | 0.0120  | 0.0176  | 0.0256  | 0.0289  |
| 2 | 0.00131  | 0.00571  | 0.0119  | 0.0173  | 0.0248  | 0.0286  |
| 3 | 0.00130  | 0.00576  | 0.0123  | 0.0180  | 0.0257  | 0.0285  |
| 4 | 0.00127  | 0.00568  | 0.0122  | 0.0175  | 0.0250  | 0.0287  |
| 11 | 1 | 0.00130  | 0.00538  | 0.0115  | 0.0181  | 0.0255  | 0.0288  |
| 2 | 0.00128  | 0.00545  | 0.0117  | 0.0175  | 0.0257  | 0.0284  |
| 3 | 0.00133  | 0.00543  | 0.0118  | 0.0178  | 0.0254  | 0.0285  |
| 4 | 0.00131  | 0.00548  | 0.0120  | 0.0182  | 0.0252  | 0.0290  |
| 12 | 1 | 0.00120  | 0.00540  | 0.0119  | 0.0175  | 0.0254  | 0.0299  |
| 2 | 0.00120  | 0.00550  | 0.0118  | 0.0169  | 0.0255  | 0.0300  |
| 3 | 0.00119  | 0.00531  | 0.0119  | 0.0172  | 0.0252  | 0.0298  |
| 4 | 0.00121  | 0.00532  | 0.0119  | 0.0165  | 0.0254  | 0.0295  |
| 13 | 1 | 0.00110  | 0.00565  | 0.0113  | 0.0175  | 0.0248  | 0.0287  |
| 2 | 0.00102  | 0.00570  | 0.0116  | 0.0176  | 0.0246  | 0.0290  |
| 3 | 0.00110  | 0.00569  | 0.0113  | 0.0175  | 0.0248  | 0.0288  |
| 4 | 0.00102  | 0.00575  | 0.0117  | 0.0181  | 0.0246  | 0.0290  |