ICS 77.120.01

CCS H 13

**中华人民共和国有色金属行业标准**

YS

铜、铅、锌原矿和尾矿化学分析方法

YS/T 1115.2—202X

代替YS/T 1115.2-2016

第2部分：铅和锌含量的测定

Na2EDTA滴定法

Methods for chemical analysis of copper, lead, zinc ores and tailings —

Part 2：Determination of lead and zinc contents—

Na2EDTA titrimetric method

(送审稿)

202X-XX-XX实施

202X-XX-XX发布

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 1115 《铜、铅、锌原矿和尾矿化学分析方法》的第2部分。YS/T 1115已经发布了以下部分：

——第1部分：铜含量的测定 碘量法；

——第2部分：铅和锌含量的测定 Na2EDTA滴定法；

——第3部分：铜、铅、锌、镍、钴、镉、锰、镁和银含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第4部分：硫含量的测定 高频红外吸收法、燃烧中和滴定法和硫酸钡重量法；

——第5部分：磷含量的测定 钼蓝分光光度法；

——第6部分：铜、铅、锌、镍、钴、镉、镁、锰、砷和钼含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第11部分：钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法；

——第13部分：氟量的测定 离子选择电极法和离子色谱法；

——第14部分：砷量的测定 氢化物发生原子荧光光谱法和溴酸钾滴定法。

本文件代替YS/T 1115.2-2016《铜原矿和尾矿化学分析方法 第2部分：铅量的测定 原子吸收光谱法》。与YS/T 1115.2-2016相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

a)更改了范围：标准适用范围由原来的铜原矿和尾矿调整为铜、铅、锌原矿和尾矿，包括铜钼多金属矿；铅的测定范围由0.050%～1.00%修改为5.00%～20.00%；增加锌元素的测定：测定范围5.00%～20.00%（见第1章，2016年版的第1章）；

b)更改了测定方法：由火焰原子吸收光谱法修改为Na2EDTA 滴定法测定，并相应修改原理（见第4章，2016年版的第2章）。

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： 北矿检测技术股份有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、云南铜业股份有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、株洲治炼集团股份有限公司、河南豫光金铅股份有限公司、江西铜业股份有限公司、山东恒邦治炼股份有限公司、江西铜业铅锌金属有限公司、葫芦岛锌业股份有限公司、湖南有色金属研究院有限责任公司、长沙矿治院检测技术有限责任公司、云南华联锌铟股份有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、铜陵有色金属集团控股有限公司、昆明治金研究院有限公司、郴州市产商品质量监督检验所。

本文件主要起草人：皮晓梅、刘聪、罗荣根、庄凤珠、曹玉、穆秀美、郑文英、韦宏伟、伍长快、毛智慧、朱晓、范萍萍、曾衍强、刘粤、王凌燕、张月、刘旭岩、周莹、易娅丹、唐飞燕、熊方祥、唐倩云、王兴剑 、杨绍辉、李展鹏、白腾飞、孟萌萌、李武、王慰、罗云、唐莉福、谢磊、谢丽芳

本文件于2016年首次发布为YS/T 1115.2-2016，本次为第一次修订。

引　言

铜、铅、锌原矿主要用于冶金行业，作为冶金行业的原材料，原矿以及经选矿分离后的相应尾矿中除铜外，还存在多种金属元素，包括有益元素如Au、Ag、Ni、Co等；有害元素如As、Sb、Cr、Cd等。为落实“国家标准化发展纲要”，深化标准化改革创新，优化存量标准结构，以着力提升标准质量效益，并统筹标准制定与实施，将YS/T 1115-2016《铜原矿和尾矿化学分析方法（共14部分）》、YS/T 53-2010《铜、铅、锌原矿和尾矿化学分析方法（共3部分）》及YS/T 952-2014《铜钼多金属矿化学分析方法 铜和钼量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》进行整合修订，形成新的《铜、铅、锌原矿和尾矿化学分析方法》系列标准。

YS/T XXXX《铜、铅、锌原矿和尾矿化学分析方法》由X个部分组成，本文件为第2部分：

——第1部分：铜含量的测定 碘量法；

——第2部分：铅和锌含量的测定 Na2EDTA滴定法；

——第3部分：铜、铅、锌、镍、钴、镉、锰、镁和银含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第4部分：硫含量的测定 高频红外吸收法、燃烧中和滴定法和硫酸钡重量法；

——第5部分：磷含量的测定 钼蓝分光光度法；

——第6部分：铜、铅、锌、镍、钴、镉、镁、锰、砷和钼含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第7部分：钼含量的测定 硫氰酸盐分光光度法；

——第8部分：氟含量的测定 离子选择电极法和离子色谱法；

——第9部分：砷含量的测定 氢化物发生原子荧光光谱法和溴酸钾滴定法；

——第10部分：金、银、钼、砷、钨、铋、镓、锗、铟、硒、碲和铊含量的测定 电感耦合等离子体质谱法。

本文件修订将适用范围拓展至铜、铅、锌原矿和尾矿（含铜钼多金属矿），能够统一和规范行业内铜、铅、锌原矿和尾矿中铅和锌含量的测定，对指导相关生产和检测具有重要意义。

铜、铅、锌原矿和尾矿化学分析方法

第2部分：铅和锌含量的测定

Na2EDTA滴定法

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，并保证符合国家相关法规规定的条件。

1 范围

本文件描述了Na2EDTA滴定法测定铜、铅、锌原矿和尾矿（包括铜钼多金属矿）中铅、锌含量的方法。

本文件适用于铜、铅、锌原矿和尾矿（包括铜钼多金属矿）中铅、锌含量的测定。测定范围：铅5.00% ~20.00 %，锌5.00% ~20.00 %。

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。

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试料用氟化铵、盐酸、硝酸、硫酸、高氯酸分解，用氢溴酸除去砷、锑、锡等干扰元素。在硫酸介质中，铅以硫酸铅沉淀的形式存在，经过过滤与共存元素分离。硫酸铅用乙酸-乙酸钠缓冲溶液溶解，以二甲酚橙为指示剂，在pH为5.5~6.0范围内，用Na2EDTA标准滴定溶液滴定至溶液由紫红色变为亮黄色为终点，测得结果为铅量。

滤液用氨水沉淀分离铁、锰、铅等共存元素，加入抗坏血酸、氟化钾、硫代硫酸钠消除铁、铜、铝等杂质干扰，在pH为 5.5~6.0的乙酸-乙酸钠缓冲溶液中，以二甲酚橙为指示剂，用Na2EDTA标准滴定溶液滴定至溶液由紫红色变为亮黄色为终点，测得结果为锌镉合量，扣除镉量即为锌量。

5 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯及以上纯度的试剂。

5.1 水，GB/T 6682，二级。

5.2 氯化铵。

5.3 抗坏血酸。

5.4 盐酸(*ρ=*1.19 g/mL)。

5.5 硝酸(*ρ=*1.42 g/mL)。

5.6 硫酸(*ρ=*1.84 g/mL)。

5.7 高氯酸(*ρ=*1.76 g/mL)。

5.8 氢溴酸(*ρ=*1.49 g/mL)。

5.9 氨水(*ρ=*0.91 g/mL)。

5.10 盐酸(1+1)。

5.11 氨水(1+1)。

5.12 硫酸(1+9)。

5.13 硫酸(2＋98)。

5.14 氟化铵溶液(250 g/L)。

5.15 锌过滤洗涤液：2 g氯化铵（5.1）溶于100 mL水中，加3滴～4滴氨水（5.8），混匀。

5.16 过硫酸铵溶液（200 g/L），当日配制。

5.17 氟化钾溶液（100 g/L），贮存于塑料瓶中。

5.18 硫代硫酸钠(Na2S2O3·5H2O)溶液（400 g/L）。

5.19 硫酸铁溶液：称取100 g九水合硫酸铁（Fe2（SO4）3·9H2O）溶解于1000 mL硫酸（5.12）中。此溶液1 mL含三价铁约20 mg。

5.20 乙酸-乙酸钠缓冲溶液（pH约5.5）：称取250g三水合乙酸钠溶于水中，加入18 mL乙酸（*ρ=*1.05 g/mL），用水稀释至1000 mL，混匀。

5.21 乙二胺四乙酸二钠(Na2EDTA)标准滴定溶液A（*c*≈0.010 mol/L），按如下方式配制和标定：

a）配制：称取37 g乙二胺四乙酸二钠，加水溶解，移入10 L容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。放置三天后标定。

b）标定：称取4份0.0700 g（精确至0.0001 g）金属铅(*w*Pb≥99.99%)于250 mL烧杯中，加入30mL硝酸(1+1)，盖上表面皿，低温加热至溶解完全，煮沸赶尽氮氧化物，取下冷却， 加入10 mL硫酸(5.6)，置于电热板加热冒浓烟，保持冒浓烟2 min，取下冷却。用水仔细吹洗杯壁及表面皿并将体积补充至约60 mL，盖上表面皿，混匀，置于电热板上加热煮沸至体积约30 mL，冷却至室温，静置至少1h。按7.4.2和7.4.3步骤进行标定。随同标定做空白试验。

按公式(1)计算Na2EDTA标准滴定溶液A对铅的计算因子*f*Pb：

 *f*Pb = **……………………………………… (1)

式中：

*f*Pb*——*Na2EDTA标准滴定溶液A对铅的计算因子，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

*m*1——称取金属铅的质量，单位为克(g)；

*V*1——标定时消耗Na2EDTA标准滴定溶液A的体积，单位为毫升(mL)；

*V*0——标定时滴定空白溶液消耗Na2EDTA标准滴定溶液A的体积，单位为毫升(mL)。

平行标定4份，结果保留4位有效数字，其极差值不超过0.007 mg/mL时，取其平均值。否则重新标定。

5.22 乙二胺四乙酸二钠(Na2EDTA)标准滴定溶液B（*c*≈0.025 mol/L），按如下方式配制和标定：

a）配制：称取93 g乙二胺四乙酸二钠，加水溶解，移入10 L容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。放置三天后标定。

b）标定：称取4份0.0500 g（精确到0.0001 g）金属锌(*w*Zn≥99.99%)置于250 mL烧杯中，加入10 mL盐酸（5.10），盖上表面皿，低温溶解完全，取下冷却，加入1 mL硫酸铁溶液（5.19），以下按7.4.4~7.4.6进行。随同标定作空白试验。

按公式（2）计算Na2EDTA标准滴定溶液B对锌的计算因子*f*Zn：

*f*Zn= …………………………………………(2)

式中：

*f*Zn——Na2EDTA标准滴定溶液B对锌的计算因子，单位毫克每毫升（mg/mL）；

*m*2——称取金属锌的质量，单位为克（g）；

*V*3——标定时消耗Na2EDTA标准滴定溶液B的体积，单位为毫升（mL）；

*V*2——标定时滴定空白试验溶液所消耗Na2EDTA标准滴定溶液B的体积，单位为毫升（mL）。

平行标定4份，结果保留4位有效数字，其极差值不超过0.006 mg/mL时，取其平均值。否则重新标定。

5.23 二甲酚橙溶液(5 g/L)，限2周内使用。

5.24 甲基橙溶液(0.5 g/L)。

6 样品

6.1 样品粒度应不大于100 μm。

6.2 样品应于100～105℃烘箱中干燥1 h，并置于干燥器中冷却至室温。

7 试验步骤

7.1 试料

称取0.25g样品，精确至0.0001g。

7.2 平行试验

平行做两份试验。

7.3 空白试验

随同试料做空白试验。

7.4 测定

7.4.1 将试料(7.1)置于 250 mL 烧杯A中，加入少量水润湿，加入2 mL氟化铵溶液(5.14)， 10 mL盐酸(5.4)，盖上表面皿，于电热板上低温加热3 min~5 min，取下稍冷，加入5 mL硝酸(5.5)、5mL~8 mL硫酸(5.6)、2mL~5 mL高氯酸（5.7），盖上表面皿，继续加热至试料完全分解并冒浓白烟，取下稍冷。加入2 mL氢溴酸(5.8)，低温加热至氢溴酸挥尽，继续加热至硫酸烟冒起，取下稍冷。用水仔细吹洗杯壁及表面皿并将体积补充至约60 mL，盖上表面皿，摇匀，置于电热板上加热煮沸至体积约30 mL，冷却至室温，静置至少1h。

7.4.2 洗下表面皿，溶液经中速定性滤纸过滤，用硫酸(5.13)洗涤烧杯2次，洗涤漏斗中的沉淀4次，再用水洗涤烧杯2次、沉淀2次，控制滤液体积约120 mL，用玻璃棒将滤纸和沉淀一起移入烧杯A中，滤液A用250 mL烧杯B承接。

7.4.3 向烧杯A中，加入50 mL乙酸－乙酸钠缓冲溶液(5.20)，用水洗涤漏斗及杯壁至体积约100 mL，置于电热板低温处加热煮沸并保温10 min，取下冷却，用水洗涤杯壁至体积约100 mL。向溶液中加入约0.1 g抗坏血酸(5.3)、2滴二甲酚橙溶液(5.23)，用Na2EDTA标准滴定溶液A(5.21)滴定至溶液由紫红色转为亮黄色即为终点。

7.4.4 向滤液A中加入3 g～5 g氯化铵（5.2）、5 mL过硫酸铵溶液（5.16）【如溶液中含铁较低，适当补加硫酸铁溶液（5.19）使溶液中含铁量约20 mg】，用氨水（5.9）中和至沉淀完全并过量10 mL，加热微沸1 min～2 min，趁热用中速定性滤纸过滤，用热的锌过滤洗涤液（5.15）洗涤烧杯和沉淀各2次～3次，滤液B用400 mL烧杯承接。

7.4.5 将沉淀用热的锌过滤洗涤液（5.15）冲洗转移至烧杯B中，加入1 mL～2 mL盐酸（5.10）溶解沉淀，加入5 mL过硫酸铵溶液（5.16），用氨水（5.9）中和至沉淀完全并过量10 mL，加热微沸1 min～2 min，取下，趁热经原滤纸过滤，用热的锌过滤洗涤液（5.15）洗涤烧杯和沉淀各3次～4次，滤液并入滤液B中，得到滤液C。

7.4.6 将滤液C煮沸并浓缩至体积约100 mL，彻底破坏过剩的过硫酸铵，取下冷却。加入0.1 g抗坏血酸（5.3）、1滴甲基橙溶液（5.24），用氨水（5.11）和盐酸（5.10）调至溶液恰变红色，加入30 mL乙酸-乙酸钠缓冲溶液（5.20）、5 mL氟化钾溶液（5.17）、5 mL硫代硫酸钠溶液（5.18），混匀。滴加2滴二甲酚橙溶液（5.23），用Na2EDTA标准滴定溶液B(5.22)滴定至溶液由紫红色变为亮黄色即为终点。

8 试验数据的处理

铅和锌的含量分别以铅和锌的质量分数*w*Pb和*w*Zn计，分别按公式(3)和（4）计算：

*w*Pb = ×100……………………………………(3)

式中：

 *f*Pb*——*Na2EDTA标准滴定溶液A对铅的计算因子，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

*V*4 ——试料溶液消耗Na2EDTA标准滴定溶液A的体积，单位为毫升(mL)；

## *V*5 ——空白溶液消耗Na2EDTA标准滴定溶液A的体积，单位为毫升(mL)；

*m*0——试料的质量，单位为克(g)；

结果表示至小数点后两位。

 *w*Zn= ×100 - *w*Cd×0.5816…………………(4)

式中：

*f*Zn——Na2EDTA标准滴定溶液B对锌的计算因子，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

*V*6 ——试液消耗Na2EDTA标准滴定溶液B的体积，单位为毫升（mL）；

*V*7——空白试液消耗Na2EDTA标准滴定溶液B的体积，单位为毫升（mL）；

*m*0——试料的质量，单位为克（g）；

0.5816——镉量换算为锌量的系数；

*w*Cd为镉的质量分数，测定方法参照YS/T 1115.2-20XX《铜、铅、锌原矿和尾矿化学分析方法》第3部分：铜、铅、锌、镍、钴、镉、锰、镁和银含量的测定 火焰原子吸收光谱法或YS/T 1115.2-20XX《铜、铅、锌原矿和尾矿化学分析方法》第6部分：铜、铅、锌、镍、钴、镉、镁、锰、砷和钼含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

计算结果表示到小数点后两位。

9 精密度

9.1 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，在以下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1数据采用线性内插法或外延法求得。测量的原始数据见附录A。

表1 重复性限（*r*）

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Pb/ % | 5.31  | 10.00  | 14.66  | 19.94  |
| *r* / % | 0.20  | 0.22  | 0.24  | 0.26  |
| *w*Zn/ % | 6.51  | 10.07 | 14.92  | 18.13  |
| *r* / % | 0.18  | 0.21  | 0.24 | 0.26 |

9.2 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，在以下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2数据采用线性内插法求得：

表2 再现性限（*R*）

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Pb/ % | 5.31  | 10.00  | 14.66  | 19.94  |
| *R*/ % | 0.24  | 0.33  | 0.40  | 0.45  |
| *w*Zn/ % | 6.51  | 10.07 | 14.92  | 18.13  |
| *R*/ % | 0.25 | 0.30 | 0.35 | 0.40 |

10 试验报告

试验报告至少给出以下方面的内容：

——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；

——测定中观察到的异常现象；

——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2024年由18家实验室对铅和锌含量的4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铅和锌含量在重复性条件下独立测定5次～11次。测定的原始数据见表A. 1~A. 2。

表A.1 铅精密度试验原始数据

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 实验室 | 水平数 | *w*Pb/% |
| 1 | 2 | 3 | 4 |
| 1 | 1 | 5.42 | 9.99 | 14.69 | 19.98 |
| 2 | 5.35 | 10 | 14.74 | 19.9 |
| 3 | 5.27 | 10.07 | 14.62 | 19.85 |
| 4 | 5.47 | 9.89 | 14.58 | 20.08 |
| 5 | 5.29 | 10.11 | 14.82 | 20.01 |
| 6 | 5.43 | 9.9 | 14.73 | 19.92 |
| 7 | 5.24 | 10.03 | 14.64 | 19.89 |
| 2 | 1 | 5.24 | 10.09 | 14.62 | 20.01 |
| 2 | 5.25 | 9.96 | 14.39 | 19.96 |
| 3 | 5.22 | 10.08 | 14.56 | 19.97 |
| 4 | 5.23 | 10.07 | 14.52 | 20.12 |
| 5 | 5.28 | 9.95 | 14.49 | 20 |
| 6 | 5.34 | 10.05 | 14.56 | 20.03 |
| 7 | 5.36 | 10.08 | 14.48 | 20.03 |
| 3 | 1 | 5.26 | 9.89 | 14.4 | 19.82 |
| 2 | 5.31 | 9.86 | 14.41 | 20.01\* |
| 3 | 5.2 | 9.93 | 14.48 | 19.82 |
| 4 | 5.24 | 9.79 | 14.46 | 19.84 |
| 5 | 5.13 | 9.8 | 14.41 | 19.8 |
| 6 | 5.12 | 9.84 | 14.39 | 19.76 |
| 7 | 5.11 | 9.81 | 14.45 | 19.77 |
| 4 | 1 | 5.21 | 10.2 | 14.67 | 20.27 |
| 2 | 5.29 | 10.26 | 14.59 | 20.24 |
| 3 | 5.17 | 10.2 | 14.67 | 20.15 |
| 4 | 5.21 | 10.16 | 14.51 | 20.03 |
| 5 | 5.25 | 10.32 | 14.59 | 20.03 |
| 5 | 1 | 5.48 | 10.01 | 14.75 | 20.05 |
| 2 | 5.39 | 10.13 | 14.68 | 19.85 |
| 3 | 5.46 | 9.97 | 14.82 | 19.83 |
| 4 | 5.39 | 10.07 | 14.79 | 20.08 |
| 5 | 5.33 | 9.88 | 14.7 | 19.81 |
| 6 | 5.3 | 9.92 | 14.83 | 19.87 |

表A.1 铅精密度试验原始数据（续）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 7 | 5.28 | 9.89 | 14.89 | 19.94 |
| 8 | 5.28 | 9.85 | 14.52 | 19.98 |
| 9 | 5.29 | 9.8 | 14.54 | 19.79 |
| 6 | 1 | 5.28 | 9.84 | 14.53 | 19.92 |
| 2 | 5.23 | 9.95 | 14.64 | 19.87 |
| 3 | 5.21 | 9.86 | 14.61 | 19.89 |
| 4 | 5.33 | 9.96 | 14.51 | 19.78 |
| 5 | 5.41 | 9.83 | 14.54 | 19.92 |
| 6 | 5.24 | 9.92 | 14.47 | 19.77 |
| 7 | 5.2 | 9.83 | 14.61 | 19.71 |
| 7 | 1 | 5.24 | 9.92 | 14.47 | 19.77 |
| 2 | 5.2 | 9.83 | 14.61 | 19.71 |
| 3 | 5.21 | 9.88 | 14.49 | 19.84 |
| 4 | 5.2 | 9.89 | 14.51 | 19.92 |
| 5 | 5.27 | 9.74 | 14.52 | 19.9 |
| 6 | 5.24 | 9.88 | 14.55 | 19.88 |
| 7 | 5.23 | 9.96 | 14.53 | 19.83 |
| 8 | 1 | 5.33 | 9.9 | 14.5 | 19.81 |
| 2 | 5.26 | 9.92 | 14.56 | 19.81 |
| 3 | 5.27 | 9.88 | 14.61 | 19.83 |
| 4 | 5.26 | 9.98 | 14.68 | 19.93 |
| 5 | 5.3 | 9.89 | 14.5 | 19.85 |
| 6 | 5.43 | 9.95 | 14.5 | 19.71 |
| 7 | 5.35 | 9.92 | 14.5 | 19.98 |
| 9 | 1 | 5.41 | 9.97 | 14.82 | 19.88 |
| 2 | 5.35 | 10.15 | 14.74 | 19.9 |
| 3 | 5.26 | 9.92 | 14.7 | 19.9 |
| 4 | 5.49 | 10.08 | 14.8 | 20 |
| 5 | 5.24 | 10.02 | 14.75 | 19.95 |
| 6 | 5.3 | 9.92 | 14.78 | 19.88 |
| 7 | 5.22 | 9.94 | 14.8 | 19.9 |
| 10 | 1 | 5.26 | 10.02 | 14.58 | 19.87 |
| 2 | 5.26 | 10.02 | 14.82 | 19.87 |
| 3 | 5.34 | 10.06 | 14.82 | 19.96 |
| 4 | 5.46 | 10.11 | 14.65 | 19.96 |
| 5 | 5.4 | 10.12 | 14.69 | 19.79 |
| 6 | 5.33 | 9.95 | 14.73 | 20.08 |
| 7 | 5.44 | 9.93 | 14.64 | 20.03 |
| 11 | 1 | 5.38 | 9.88 | 14.75\*\* | 20.05 |
| 2 | 5.32 | 9.95 | 14.8\*\* | 20.13 |

表A.1 铅精密度试验原始数据（续）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 3 | 5.41 | 9.85 | 14.78\*\* | 20.14 |
| 4 | 5.36 | 9.87 | 14.76\*\* | 19.98 |
| 5 | 5.43 | 9.9 | 14.69\*\* | 19.88 |
| 6 | 5.3 | 9.88 | 15.02\*\* | 20.18 |
| 7 | 5.37 | 9.93 | 14.77\*\* | 20.2 |
| 8 | 5.42 | 9.92 | 15.23\*\* | 20.09 |
| 9 | 5.47 | 9.86 | 14.79\*\* | 19.96 |
| 10 | 5.39 | 9.93 | 14.9\*\* | 19.95 |
| 11 | 5.44 | 9.99 | 14.7\*\* | 20.18 |
| 12 | 1 | 5.28 | 10.1 | 14.69 | 19.8 |
| 2 | 5.3 | 10.09 | 14.65 | 19.93 |
| 3 | 5.35 | 10.12 | 14.75 | 20.01 |
| 4 | 5.29 | 10.18 | 14.7 | 19.98 |
| 5 | 5.33 | 9.99 | 14.73 | 20.02 |
| 6 | 5.24 | 10.05 | 14.68 | 19.97 |
| 7 | 5.31 | 10.14 | 14.76 | 19.88 |
| 13 | 1 | 5.23 | 9.92 | 14.88 | 19.95 |
| 2 | 5.2 | 9.9 | 14.8 | 20.07 |
| 3 | 5.44 | 10.1 | 14.72 | 20.14 |
| 4 | 5.39 | 9.95 | 14.7 | 19.99 |
| 5 | 5.31 | 10.04 | 14.95 | 20.04 |
| 6 | 5.3 | 10.05 | 14.85 | 19.82 |
| 7 | 5.31 | 9.88 | 14.87 | 19.96 |
| 14 | 1 | 5.28 | 10.11 | 14.65 | 19.73 |
| 2 | 5.3 | 10.12 | 14.71 | 19.77 |
| 3 | 5.25 | 10.1 | 14.75 | 19.8 |
| 4 | 5.32 | 10.05 | 14.75 | 19.78 |
| 5 | 5.35 | 10.09 | 14.53 | 19.8 |
| 6 | 5.29 | 10.14 | 14.64 | 19.81 |
| 7 | 5.37 | 10.18 | 14.79 | 19.83 |
| 8 | 5.31 | 10.19 | 14.75 | 19.86 |
| 9 | 5.3 | 10.1 | 14.7 | 19.85 |
| 15 | 1 | 5.24 | 10.00 | 14.8 | 19.89 |
| 2 | 5.18 | 10.10 | 14.79 | 19.92 |
| 3 | 5.26 | 10.02 | 14.85 | 19.92 |
| 4 | 5.32 | 10.14 | 14.91 | 19.93 |
| 5 | 5.37 | 10.02 | 14.91 | 19.95 |
| 6 | 5.40 | 10.21 | 14.95 | 19.9 |
| 7 | 5.25 | 10.09 | 14.96 | 19.91 |
| 16 | 1 | 5.36 | 9.98 | 14.8 | 20.22 |

表A.1 铅精密度试验原始数据（续）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 2 | 5.26 | 9.99 | 14.84 | 20.2 |
| 3 | 5.28 | 10.07 | 14.79 | 20.05 |
| 4 | 5.26 | 10.12 | 14.76 | 20.08 |
| 5 | 5.27 | 10.12 | 14.77 | 20.2 |
| 6 | 5.28 | 10.05 | 14.72 | 20.19 |
| 7 | 5.33 | 10.00 | 14.78 | 20.15 |
| 17 | 1 | 5.41 | 9.91 | 14.71 | 19.86 |
| 2 | 5.46 | 10.09 | 14.63 | 20.07 |
| 3 | 5.27 | 10.26 | 14.77 | 20.08 |
| 4 | 5.40 | 10.03 | 14.55 | 20.01 |
| 5 | 5.24 | 10.06 | 14.52 | 19.9 |
| 6 | 5.33 | 10.22 | 14.62 | 19.85 |
| 7 | 5.45 | 10.08 | 14.54 | 19.86 |
| 8 | 5.34 | 10.11 | 14.69 | 19.95 |
| 9 | 5.22 | 10.04 | 14.52 | 19.85 |
| 10 | 5.44 | 10.06 | 14.62 | 19.89 |
| 11 | 5.33 | 9.98 | 14.45 | 19.88 |
| 18 | 1 | 5.19 | 9.94 | 14.67 | 19.73 |
| 2 | 5.24 | 9.96 | 14.54 | 19.92 |
| 3 | 5.16 | 9.82 | 14.63 | 19.82 |
| 4 | 5.38 | 10.09 | 14.68 | 20.04 |
| 5 | 5.23 | 9.97 | 14.47 | 19.89 |
| 6 | 5.17 | 9.81 | 14.58 | 19.77 |
| 7 | 5.38 | 9.87 | 14.52 | 19.83 |

表A.2 锌精密度试验原始数据

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 实验室 | 水平数 | *w*Zn/% |
| 1 | 2 | 3 | 4 |
| 1 | 1 | 6.57 | 18.17 | 14.95 | 10.11 |
| 2 | 6.57 | 18.24 | 14.92 | 10.16 |
| 3 | 6.50 | 18.13 | 15.00 | 10.09 |
| 4 | 6.62 | 18.19 | 14.86 | 10.05 |
| 5 | 6.49 | 18.28 | 14.93 | 10.14 |
| 6 | 6.53 | 18.10 | 15.05 | 10.07 |
| 7 | 6.55 | 18.29 | 14.99 | 10.21 |
| 2 | 1 | 6.51 | 18.10 | 14.87 | 9.97 |
| 2 | 6.48 | 18.07 | 14.88 | 9.97 |
| 3 | 6.40 | 17.96 | 14.75 | 9.96 |
| 4 | 6.37 | 18.02 | 14.86 | 9.95 |

表A.2 锌精密度试验原始数据（续）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 5 | 6.41 | 17.99 | 14.74 | 10.03 |
| 6 | 6.38 | 17.92 | 14.74 | 10.15 |
| 7 | 6.37 | 17.94 | 14.76 | 10 |
| 3 | 1 | 6.36  | 18.21  | 15.04  | 10.19  |
| 2 | 6.39  | 18.04  | 14.82  | 10.18  |
| 3 | 6.48  | 18.08  | 14.79  | 10.09  |
| 4 | 6.35  | 18.01  | 15.06  | 10.00  |
| 5 | 6.40  | 18.12  | 14.96  | 10.11  |
| 6 | 6.45  | 18.06  | 15.09  | 10.06  |
| 7 | 6.52  | 18.21  | 15.08  | 10.02  |
| 4 | 1 | 6.57  | 18.20  | 14.92  | 10.15  |
| 2 | 6.51  | 18.14  | 14.95  | 10.06  |
| 3 | 6.66  | 18.11  | 14.98  | 10.17  |
| 4 | 6.54  | 18.20  | 15.05  | 10.21  |
| 5 | 6.48  | 18.11  | 15.00  | 10.06  |
| 5 | 1 | 6.41  | 18.13  | 14.72  | 10.10  |
| 2 | 6.50  | 18.22  | 14.85  | 9.91  |
| 3 | 6.52  | 17.99  | 14.92  | 9.85  |
| 4 | 6.41  | 18.00  | 14.88  | 10.02  |
| 5 | 6.48  | 18.24  | 14.89  | 10.05  |
| 6 | 6.59  | 18.08  | 14.95  | 10.09  |
| 7 | 6.45  | 18.01  | 14.85  | 9.97  |
| 8 | 6.51  | 18.21  | 15.09  | 10.19  |
| 9 | 6.61  | 18.11  | 15.18  | 9.96  |
| 6 | 1 | 6.52  | 18.29  | 15.05  | 9.99  |
| 2 | 6.41  | 18.31  | 15.05  | 9.97  |
| 3 | 6.55  | 18.36  | 15.00  | 10.01  |
| 4 | 6.57  | 18.10  | 15.09  | 10.02  |
| 5 | 6.43  | 18.37  | 15.10  | 9.93  |
| 6 | 6.39  | 18.00  | 14.61  | 10.16  |
| 7 | 6.37  | 17.89  | 14.58  | 10.13  |
| 7 | 1 | 6.36  | 17.99  | 14.47 \* | 10.15  |
| 2 | 6.41  | 18.04  | 14.60 \* | 10.00  |
| 3 | 6.39  | 17.87  | 14.60 \* | 9.99  |
| 4 | 6.38  | 18.09  | 14.52 \* | 10.16  |
| 5 | 6.33  | 18.11  | 14.49 \* | 9.97  |
| 6 | 6.47  | 18.01  | 15.01 \* | 10.09  |
| 7 | 6.48  | 18.10  | 15.05 \* | 10.10  |
| 8 | 1 | 6.50  | 18.02  | 15.00  | 10.14  |
| 2 | 6.49  | 18.07  | 15.01  | 10.14  |

表A.2 锌精密度试验原始数据（续）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 3 | 6.48  | 18.06  | 14.97  | 10.06  |
| 4 | 6.50  | 18.06  | 14.95  | 10.07  |
| 5 | 6.49  | 18.10  | 14.93  | 10.10  |
| 6 | 6.50  | 18.20  | 14.85  | 10.06  |
| 7 | 6.48  | 18.10  | 14.90  | 10.22  |
| 9 | 1 | 6.58  | 18.05  | 14.95  | 10.15  |
| 2 | 6.54  | 18.08  | 15.00  | 10.18  |
| 3 | 6.53  | 18.17  | 15.02  | 10.10  |
| 4 | 6.55  | 18.13  | 14.90  | 10.12  |
| 5 | 6.48  | 18.10  | 14.95  | 10.08  |
| 6 | 6.64  | 18.14  | 15.07  | 10.14  |
| 7 | 6.64  | 18.14  | 15.28  | 10.05  |
| 10 | 1 | 6.53  | 18.10  | 15.00  | 10.13  |
| 2 | 6.62  | 18.15  | 15.08  | 10.16  |
| 3 | 6.64  | 18.23  | 15.11  | 10.12  |
| 4 | 6.74  | 18.19  | 15.20  | 10.22  |
| 5 | 6.46  | 18.31  | 15.15  | 10.19  |
| 6 | 6.36  | 18.21  | 15.04  | 10.19  |
| 7 | 6.39  | 18.04  | 14.82  | 10.18  |
| 11 | 1 | 6.52  | 18.55  | 14.87  | 10.14  |
| 2 | 6.53  | 18.31  | 14.67  | 10.21  |
| 3 | 6.60  | 18.41  | 14.96  | 10.27  |
| 4 | 6.63  | 18.37  | 14.73  | 10.11  |
| 5 | 6.58  | 18.40  | 14.77  | 10.03  |
| 6 | 6.55  | 18.27  | 14.66  | 9.90  |
| 7 | 6.37  | 18.20  | 14.90  | 10.15  |
| 8 | 6.51  | 18.23  | 14.88  | 9.97  |
| 9 | 6.67  | 18.55  | 14.89  | 10.22  |
| 10 | 6.49  | 18.46  | 14.75  | 9.91  |
| 11 | 6.46  | 18.17  | 14.69  | 10.08  |
| 12 | 1 | 6.65  | 17.92  | 14.86  | 9.95  |
| 2 | 6.58  | 17.95  | 14.75  | 9.92  |
| 3 | 6.55  | 17.97  | 14.81  | 9.98  |
| 4 | 6.53  | 18.07  | 14.79  | 10.10  |
| 5 | 6.61  | 17.89  | 14.85  | 10.05  |
| 6 | 6.60  | 18.00  | 14.84  | 9.99  |
| 7 | 6.59  | 17.96  | 14.83  | 10.00  |
| 13 | 1 | 6.64  | 18.25  | 15.03  | 10.00  |
| 2 | 6.72  | 18.32  | 15.11  | 10.10  |
| 3 | 6.59  | 18.20  | 15.00  | 9.98  |
| 4 | 6.52  | 18.24  | 14.91  | 10.18  |

表A.2 锌精密度试验原始数据（续）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 5 | 6.60  | 18.14  | 15.14  | 10.12  |
| 6 | 6.70  | 18.16  | 14.95  | 10.12  |
| 7 | 6.67  | 18.30  | 14.98  | 9.99  |
| 14 | 1 | 6.41  | 18.11  | 15.00  | 9.98  |
| 2 | 6.45  | 18.08  | 14.97  | 9.96  |
| 3 | 6.43  | 18.05  | 14.97  | 9.98  |
| 4 | 6.53  | 18.11  | 14.91  | 10.02  |
| 5 | 6.51  | 18.17  | 14.91  | 10.07  |
| 6 | 6.51  | 18.06  | 14.85  | 10.07  |
| 7 | 6.51  | 18.01  | 14.91  | 10.04  |
| 8 | 6.43  | 18.09  | 14.89  | 10.03  |
| 9 | 6.42  | 18.16  | 15.03  | 10.00  |
| 15 | 1 | 6.56 | 18.11 | 14.90 | 10.10 |
| 2 | 6.52 | 18.13 | 15.07 | 10.06 |
| 3 | 6.44 | 18.02 | 14.88 | 9.99 |
| 4 | 6.52 | 18.12 | 14.92 | 10.02 |
| 5 | 6.40 | 18.08 | 14.85 | 9.91 |
| 6 | 6.42 | 17.97 | 14.76 | 9.84 |
| 7 | 6.49 | 18.08 | 14.91 | 10.00 |
| 16 | 1 | 6.44 | 18.18 | 15.13 | 10.15 |
| 2 | 6.44 | 18.00 | 15.05 | 10.09 |
| 3 | 6.43 | 18.01 | 15.15 | 10.07 |
| 4 | 6.49 | 18.17 | 15.00 | 10.08 |
| 5 | 6.40 | 18.02 | 15.05 | 10.02 |
| 6 | 6.50 | 18.17 | 15.08 | 9.99 |
| 7 | 6.56 | 18.02 | 15.05 | 10.00 |
| 17 | 1 | 6.46 | 18.10 | 14.90 | 10.04 |
| 2 | 6.56 | 18.24 | 14.83 | 10.18 |
| 3 | 6.54 | 18.08 | 14.89 | 10.12 |
| 4 | 6.70 | 18.15 | 14.96 | 10.04 |
| 5 | 6.40 | 18.10 | 15.01 | 10.16 |
| 6 | 6.62 | 18.20 | 14.89 | 10.11 |
| 7 | 6.44 | 18.09 | 14.96 | 10.09 |
| 8 | 6.52 | 18.29 | 14.85 | 10.14 |
| 9 | 6.45 | 18.10 | 14.92 | 10.21 |
| 10 | 6.61 | 18.24 | 14.88 | 10.22 |
| 11 | 6.35 | 18.30 | 14.98 | 10.15 |
| 18 | 1 | 6.53 | 18.05 | 14.83 | 10.01 |
| 2 | 6.59 | 18.18 | 14.91 | 10.07 |
| 3 | 6.42 | 18.20 | 14.72 | 10.18 |
| 4 | 6.58 | 18.28 | 14.96 | 10.10 |

表A.2 锌精密度试验原始数据（续）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 5 | 6.49 | 18.12 | 14.85 | 10.17 |
| 6 | 6.52 | 18.11 | 14.98 | 10.06 |
| 7 | 6.45 | 18.10 | 14.78 | 10.01 |
| 注：“\*”为岐离值，“\*\*”为离群值。 |

——————————————