



中华人民共和国国家标准

GB/T 3286.3—2012
代替 GB/T 3286.3—1998

石灰石及白云石化学分析方法 第3部分：氧化铝含量的测定 铬天青S分光光度法和络合滴定法

Methods for chemical analysis of limestone and dolomite—
Part 3: The determination of aluminium oxide content—The chrome
azurol S spectrophotometric method and the complexometric titration method

2012-11-05 发布

2013-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 3286《石灰石及白云石化学分析方法》分为九个部分：

- 第1部分：氧化钙和氧化镁含量的测定 络合滴定法和火焰原子吸收光谱法；
- 第2部分：二氧化硅含量的测定 硅钼蓝分光光度法和高氯酸脱水重量法；
- 第3部分：氧化铝含量的测定 铬天青S分光光度法和络合滴定法；
- 第4部分：氧化铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第5部分：氧化锰量的测定；
- 第6部分：磷量的测定；
- 第7部分：硫量的测定；
- 第8部分：灼烧减量的测定；
- 第9部分：二氧化碳量的测定。

本部分为GB/T 3286的第3部分。

本部分按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本部分代替GB/T 3286.3—1998《石灰石、白云石化学分析方法 氧化铝量的测定》。

本部分与GB/T 3286.3—1998相比较，主要进行了如下修改：

- 本部分标准名称改为《石灰石及白云石化学分析方法 第3部分：氧化铝含量的测定 铬天青S分光光度法和络合滴定法》；
- 规范性引用文件取消了引用标准年号，并增加了部分引用标准；
- 进行了实验室间精密度共同试验，用统计得到的重复性限 r 和再现性限 R 代替了“允许差”；
- 更改了部分文字表达方式。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国钢标准化技术委员会(SAC/TC 183)归口。



本部分起草单位：武汉钢铁(集团)公司、武汉科技大学、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人：闻向东、陈士华、邵梅、张穗忠、周郑、曹宏燕、余卫华、徐建平、仇金辉、高建平。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 3286.3—1988；
- GB/T 3286.5—1982；
- GB/T 3286.6—1992。

石灰石及白云石化学分析方法

第3部分:氧化铝含量的测定

铬天青S分光光度法和络合滴定法

1 范围

GB/T 3286的本部分规定了用铬天青S分光光度法和络合滴定法测定氧化铝含量。

本部分适用于石灰石、白云石中氧化铝含量的测定,也适用于冶金石灰中氧化铝含量的测定。铬天青S分光光度法,测定范围:氧化铝含量(质量分数)0.01%~0.75%;络合滴定法,测定范围:氧化铝含量(质量分数)大于0.5%。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 2007.2 散装矿产品取样、制样通则 手工制样方法

GB/T 3286.1 石灰石及白云石化学分析方法 第1部分:氧化钙和氧化镁含量的测定 络合滴定法和火焰原子吸收光谱法

GB/T 3286.2 石灰石及白云石化学分析方法 第2部分:二氧化硅含量的测定 硅钼蓝分光光度法和高氯酸脱水重量法

GB/T 3286.4 石灰石及白云石化学分析方法 第4部分:氧化铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法和火焰原子吸收光谱法

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/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 铬天青S分光光度法

3.1 原理

试料用碳酸钠-硼酸混合熔剂熔融,稀盐酸浸取。分取部分试液,以锌-EDTA掩蔽铁、锰等离子,以六次甲基四胺为缓冲溶液,在pH值为5.7时,铝与铬天青S生成紫红色络合物,于分光光度计波长545 nm处测量吸光度。钛的干扰可加过氧化氢溶液消除。

3.2 试剂

分析中除另有说明外,仅使用认可的分析纯试剂和符合GB/T 6682规定的三级以上蒸馏水或其纯度相当的水。

3.2.1 混合熔剂:取两份无水碳酸钠与一份硼酸研磨,混匀。

3.2.2 盐酸(1+5)。



3.2.3 盐酸(1+14)。

3.2.4 锌-EDTA 溶液:称取 1.276 g 氧化锌(含量不低于 99.9%,称量前于 800 °C 灼烧 20 min 并于干燥器中冷却至室温)于 250 mL 烧杯中,加 100 mL 水,6 mL 盐酸(1+1),加热溶解,冷却至室温;另取 5.58 g 乙二胺四乙酸二钠于 500 mL 烧杯中,加 200 mL 水,加 5 mL 氨水(1+1),加热溶解,冷却至室温。将两溶液均匀混合,用盐酸(1+1)和氨水(1+1)调节溶液 pH 值为 5~6,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

3.2.5 六次甲基四胺溶液(250 g/L),贮于塑料瓶中。

3.2.6 氟化铵溶液(5 g/L),贮于塑料瓶中。

3.2.7 过氧化氢溶液(3%)。

3.2.8 铬天青 S 溶液(1 g/L),用乙醇(1+9)配制,溶液配制后使用时间不超过一周。

3.2.9 氧化铝标准溶液

3.2.9.1 称取 0.105 8 g 金属铝(含量不低于 99.9%)于聚四氟乙烯烧杯中,加 50 mL 氢氧化钠溶液(200 g/L),低温加热溶解,冷却。加盐酸(1+1)中和至呈酸性后再过量 20 mL,加热至溶液清亮,冷却。将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1.00 mL 含 200.0 μ g 氧化铝。

3.2.9.2 移取 20.00 mL 氧化铝标准溶液(3.2.9.1)于 1 000 mL 容量瓶中,加 10 mL 盐酸(1+1),以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1.00 mL 含 4.0 μ g 氧化铝。

3.2.9.3 移取 10.00 mL 氧化铝标准溶液(3.2.9.1)于 1 000 mL 容量瓶中,加 10 mL 盐酸(1+1),以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1.00 mL 含 2.0 μ g 氧化铝。

3.3 仪器

使用通常的实验室仪器、设备。

3.4 制样

3.4.1 按 GB/T 2007.2 制备试样。

3.4.2 试样应加工至粒度小于 0.125 mm。

3.4.3 石灰石、白云石试样分析前在 105 °C ~ 110 °C 干燥 2 h,置于干燥器中冷却至室温。

3.4.4 冶金石灰试样的制备应迅速进行,制成后试样立即置于磨口瓶或塑料袋中密封,于干燥器中保存,分析前试样不进行干燥。

3.5 分析步骤

3.5.1 测定次数

对同一预干燥试样(3.4.3 或 3.4.4),至少独立测定 2 次。

3.5.2 试料量

称取 0.50 g 试样,精确至 0.000 1 g。对冶金石灰试样,应快速称取试样。

3.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

3.5.4 试料分解和储备液制备

3.5.4.1 将试料(3.5.2)置于预先盛有 3.0 g 混合熔剂(3.2.1)的铂坩埚中,混匀,再覆盖 1.0 g 混合熔剂(3.2.1)。将铂坩埚置于炉温低于 300 °C 的高温炉中,盖上铂盖(留一缝隙)。将炉温逐渐升至

950 ℃~1 000 ℃,熔融 10 min,取出,转动铂坩埚,冷却。

3.5.4.2 用水冲洗铂坩埚外壁,将铂坩埚及铂盖置于 300 mL 烧杯中,加 75 mL 盐酸(3.2.2),低温加热浸出熔块,用水洗出铂坩埚及铂盖。低温加热至试液清亮,冷却至室温。将溶液移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

注:此溶液可作为测定二氧化硅、氧化钙、氧化镁、氧化铝和氧化铁量的储备液,可分别用于 GB/T 3286.1 络合滴定法测定氧化钙量和氧化镁量,GB/T 3286.2 硅钼蓝分光光度法测定二氧化硅量,GB/T 3286.3 铬天青 S 分光光度法测定氧化铝量,GB/T 3286.4 邻二氮杂菲分光光度法测定氧化铁量。如同时测定试样中这些化学成分的含量,可只制备一份该试样的储备液,分取后按各分析方法测定。

3.5.5 测定

3.5.5.1 根据试样含氧化铝量,按表 1 分取两份储备液(3.5.4.2)于两个 50 mL 容量瓶中,一份作显色液,一份作参比液。

含 0.25%~0.75%氧化铝试样,分取 20.00 mL 储备液(3.5.4.2)于 100 mL 容量瓶中,加 10 mL 盐酸(3.2.3),用水稀释至刻度,混匀。然后再分取两份 10.00 mL 试液于两个 50 mL 容量瓶中。

表 1 试液分取量和试剂用量

氧化铝含量 %	分取储备液量 mL	六次甲基四胺溶液量 mL	氧化铝标准溶液
0.01~0.050	10.00	10	3.2.9.3
>0.050~0.25	5.00	5	3.2.9.2
>0.25~0.75	20.00×(10/100)	5	3.2.9.2

3.5.5.2 显色液:加 5 mL 锌-EDTA 溶液(3.2.4),混匀,放置 3 min,加 2.0 mL 铬天青 S 溶液(3.2.8),按表 1 加入六次甲基四胺溶液(3.2.5),以水稀释至刻度,轻轻混匀。放置 20 min。试样中有钛存在时,在加锌-EDTA 溶液(3.2.4)前加 6 滴过氧化氢溶液(3.2.7)。

3.5.5.3 参比液:操作同 3.5.5.2,在加铬天青 S 溶液(3.2.8)之前加 5 滴氟化铵溶液(3.2.6)。

3.5.5.4 选择适当的吸收皿,于分光光度计波长 545 nm 处测量显色液的吸光度,在标准曲线上查得相应的氧化铝量。

3.5.6 标准曲线的绘制

根据试样含氧化铝量,按表 1 分取空白试验溶液数份于一组 50 mL 容量瓶中作底液,分别加入 1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 氧化铝标准溶液(3.2.9.3)或 1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 氧化铝标准溶液(3.2.9.2),以下按 3.5.5.2 操作;另取一份空白试验溶液按 3.5.5.3 操作制备参比液。选择适当吸收皿,于分光光度计波长 545 nm 处测量吸光度。以氧化铝量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

3.6 分析结果计算及其表示

3.6.1 分析结果的计算

按式(1)计算氧化铝的质量分数:

$$w(\text{Al}_2\text{O}_3) = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m \times \frac{V_1}{V}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：
 $w(\text{Al}_2\text{O}_3)$ ——氧化铝的质量分数；
 V ——储备液体积，单位为毫升(mL)；
 V_1 ——分取试液相当于储备液的体积，单位为毫升(mL)；
 m_1 ——从标准曲线上查得的氧化铝量，单位为微克(μg)；
 m ——试料量，单位为克(g)。

3.6.2 分析结果的确定和表示

同一试样两次独立分析结果差值的绝对值如不大于重复性限 r 值，则取其算术平均值作为分析结果。如果两次独立分析结果差值的绝对值大于 r 值，则按附录 A 的规定追加测量次数并确定分析结果。
分析结果按 GB/T 8170 修约，当分析结果大于或等于 0.10% 时，将数值修约到两位小数，当分析结果小于 0.10% 时，将数值修约到三位小数。

3.7 精密度

精密度数据是在 2011 年由 8 个实验室对氧化铝含量的 5 个不同水平试样进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的氧化铝含量在重复性条件下独立测定 3 次。共同试验数据按 GB/T 6379.2 进行统计分析，统计结果表明氧化铝质量分数与其重复性限 r 和再现性限 R 间存在线性函数关系，函数关系式计算结果见表 2。精密度函数关系式见表 B.1。

表 2 氧化铝的精密度

氧化铝的质量分数 %	 重复性限 r	再现性限 R
0.010	0.002	0.004
0.050	0.005	0.008
0.10	0.01	0.02
0.25	0.02	0.04
0.50	0.04	0.06
0.75	0.05	0.09

氧化铝质量分数在表 2 给出的数值之间，重复性限 r 、再现性限 R 可采用线性内插法求得。
在重复性条件下，获得的两次独立分析结果差值的绝对值不大于重复性限 r ，出现大于重复性限 r 的概率不大于 5%。
在再现性条件下，获得的两次独立分析结果差值的绝对值不大于再现性限 R ，出现大于再现性限 R 的概率不大于 5%。对冶金石灰试样，不作实验室间再现性限的要求。
精密度共同试验的原始数据见表 B.2。

4 络合滴定法

4.1 原理

试料用碳酸钠-硼酸混合熔剂熔融，盐酸浸取。用六次甲基四胺分离，使铝、铁成氢氧化物沉淀析出与钙、镁等分离。沉淀用盐酸溶解，加入过量的乙二胺四乙酸(EDTA)络合铝和其他元素离子，以二甲酚橙为指示剂，用锌标准滴定溶液滴定过量的 EDTA，再用氟化钠置换出与铝络合的 EDTA，以锌标准滴定溶液滴定。钛干扰铝的滴定，加入苯羟乙酸消除其影响。

4.2 试剂

- 4.2.1 混合熔剂:取两份无水碳酸钠与一份硼酸研磨,混匀。
- 4.2.2 氟化钠。
- 4.2.3 苯羟乙酸。
- 4.2.4 盐酸(1+1)。
- 4.2.5 盐酸(1+2)。
- 4.2.6 盐酸(2+98)。
- 4.2.7 氨水($\rho=0.90\text{ g/mL}$)。
- 4.2.8 氨水(1+3)。
- 4.2.9 六次甲基四胺溶液(250 g/L),贮于塑料瓶中。
- 4.2.10 铁溶液:称取 0.35 g 纯铁粉于 250 mL 烧杯中,加 20 mL 盐酸(4.2.4),加热溶解,加数滴硝酸($\rho=1.42\text{ g/mL}$)氧化,煮沸至溶液清亮,冷却。将溶液移入 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1.00 mL 含 1.0 mg 三氧化二铁。
- 4.2.11 氯化铵洗液(20 g/L)。
- 4.2.12 乙酸-乙酸铵缓冲溶液:取 300 g 乙酸铵溶于 500 mL 水中,加入 15 mL 冰乙酸($\rho=1.05\text{ g/mL}$),以水稀释至 1 L。用盐酸(4.2.4)和氨水(4.2.8)调节溶液 pH 值为 5.8 ~ 6.0。
- 4.2.13 EDTA 溶液[$c(\text{EDTA})=0.020\text{ mol/L}$]。
- 4.2.14 甲基橙溶液(1 g/L)。
- 4.2.15 二甲酚橙溶液(2 g/L),贮于棕色瓶中。溶液配制后,使用时间不超过一周。
- 4.2.16 锌标准滴定溶液[$c(\text{Zn})=0.010\,00\text{ mol/L}$]:称取 0.813 9 g 高纯氧化锌(含量不低于 99.99%,称量前于 800 °C 灼烧 20 min 并于干燥器中冷却至室温)置于 300 mL 烧杯中,加少量水湿润,加 15 mL 盐酸(4.2.4),加热至溶解,加 100 mL 水。加两滴 2,4-二硝基酚溶液[2 g/L,用乙醇(1+1)配制],用氨水(4.2.7)缓缓中和至溶液呈微黄色,再用盐酸(4.2.5)中和至呈无色,并过量 5 滴~6 滴。将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.3 仪器

分析中,使用通常的实验室仪器、设备。

4.4 制样

- 4.4.1 按 GB/T 2007.2 制备试样。
- 4.4.2 试样应加工至粒度小于 0.125 mm。
- 4.4.3 石灰石、白云石试样分析前在 105 °C ~ 110 °C 干燥 2 h,置于干燥器中冷却至室温。
- 4.4.4 冶金石灰试样的制备应迅速进行,制成后试样立即置于磨口瓶或塑料袋中密封,于干燥器中保存,分析前试样不进行干燥。

4.5 分析步骤

4.5.1 测定次数

对同一试样(4.4.3 或 4.4.4),至少独立测定 2 次。

4.5.2 试料量

根据试样中氧化铝含量按表 3 称取试样,精确至 0.000 1 g。对冶金石灰试样,应快速称取试样。

表 3 称样量及试剂用量

氧化铝含量 %	试料量 g	混合熔剂量 g
0.5 ~ 1.00	1.00	6
>1.00~2.00	0.50	6
>2.0	0.25	3

4.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

4.5.4 测定

4.5.4.1 将试料(4.5.2)置于铂坩埚中,按表 3 加入混合熔剂(4.2.1),混匀,再覆盖 1 g 混合熔剂(4.2.1)。将铂坩埚置于炉温低于 300 ℃的高温炉内,盖上铂盖(留一间隙),将温度逐渐升至 950 ℃~1 000 ℃,在此温度熔融 10 min,取出,转动铂坩埚,冷却。

4.5.4.2 将铂坩埚及铂盖置于 300 mL 烧杯中,加 40 mL 盐酸(4.2.4),微热浸出熔块,取出铂坩埚及铂盖,用热水冲洗干净。加热溶解熔块,煮沸至试液清亮,冷却。

如试料中所含三氧化二铁量不足 3 mg 时,试液中加 3 mL 铁溶液(4.2.10)。

4.5.4.3 加水稀释试液至约 150 mL,加 1 滴~2 滴甲基橙溶液(4.2.14),加 5 mL 六次甲基四胺溶液(4.2.9),用氨水(4.2.7)中和至溶液呈黄色,滴加盐酸(4.2.4)至溶液呈红色并过量 3 滴~4 滴。在不断搅拌下加入 20 mL 六次甲基四胺溶液(4.2.9),加热煮沸 1 min~2 min,取下,冷却。待沉淀下沉后趁热用快速定量滤纸过滤,用热氯化铵洗液(4.2.11)洗涤烧杯和沉淀各 2 次~3 次。

4.5.4.4 将滤纸展开贴于原烧杯壁上,用热水将沉淀洗入烧杯,用 30 mL 热盐酸(4.2.5)分次溶解滤纸上残留的沉淀,以热盐酸(4.2.6)洗净滤纸。加热将沉淀溶解完全,将试液移入 500 mL 锥形瓶中,此时试液的体积控制在 120 mL 左右。

4.5.4.5 加入 EDTA 溶液(4.2.13),其量应足以使溶液中铁、铝等离子完全络合并过量 3 mL~5 mL,混匀。如试液中含 0.1 mg~5 mg 二氧化钛时,在加 EDTA 溶液后,加 0.6 g 苯羟乙酸(4.2.3),温热溶解。

4.5.4.6 加 1 滴甲基橙溶液(4.2.14),加氨水(4.2.7)中和大部分酸后滴加氨水(4.2.8)至溶液刚呈黄色,加 10 mL 乙酸-乙酸铵缓冲溶液(4.2.12),加热煮沸 2 min~3 min,取下,流水冷却至室温。加 4 滴~5 滴二甲酚橙溶液(4.2.15),用锌标准滴定溶液(4.2.16)滴定至试液由黄色变为微红色为第一终点。如试液中加入苯羟乙酸时需滴定至稳定的微红色。

4.5.4.7 加入约 0.8 g 氟化钠(4.2.2),补加 5 mL 乙酸-乙酸铵缓冲溶液(4.2.12),混匀,煮沸 2 min~3 min,取下,流水冷却至室温。补加 2 滴~3 滴二甲酚橙溶液(4.2.15),用锌标准滴定溶液(4.2.16)滴定至与第一终点颜色一致的微红色。记录第二次滴定所消耗锌标准滴定溶液(4.2.16)的体积。

4.6 分析结果计算及其表示

4.6.1 分析结果的计算

按式(2)计算氧化铝的质量分数:

$$w(\text{Al}_2\text{O}_3) = \frac{c \times (V_1 - V_0) \times 50.98}{m \times 1\,000} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- $w(\text{Al}_2\text{O}_3)$ ——氧化铝的质量分数；
- V_1 ——滴定试料溶液消耗锌标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；
- V_0 ——滴定空白试验溶液消耗锌标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；
- c ——锌标准溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；
- m ——试料量，单位为克(g)；
- 50.98—— $\frac{1}{2}\text{Al}_2\text{O}_3$ 的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)。

4.6.2 分析结果的确定和表示

同一试样两次独立分析结果差值的绝对值如不大于重复性限 r 值，则取其算术平均值作为分析结果。如果两次独立分析结果差值的绝对值大于 r 值，则按附录 A 的规定追加测量次数并确定分析结果。

分析结果按 GB/T 8170 修约，将数值修约到两位小数。

4.7 精密度

精密度数据是在 2011 年由 8 个实验室对氧化铝含量的 5 个不同水平试样进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的氧化铝含量在重复性条件下独立测定 3 次。共同试验数据按 GB/T 6379.2 进行统计分析，统计结果表明氧化铝质量分数与重复性限 r 存在对数函数关系，与再现性限 R 间存在线性函数关系，函数关系式计算结果见表 4。精密度函数关系式见表 B.3。

表 4 氧化铝的精密度

氧化铝的质量分数 %	重复性限 r	再现性限 R
0.50	0.02	0.03
1.00	0.03	0.05
2.00	0.04	0.09
3.00	0.07	0.13
4.00	0.08	0.18

氧化铝质量分数在表 4 给出的数值之间，重复性限 r 、再现性限 R 可采用线性内插法求得。

在重复性条件下，获得的两次独立分析结果差值的绝对值不大于重复性限 r ，出现大于重复性限 r 的概率不大于 5%。

在再现性条件下，获得的两次独立分析结果差值的绝对值不大于再现性限 R ，出现大于再现性限 R 的概率不大于 5%。对冶金石灰试样，不作实验室间再现性限的要求。

精密度共同试验的原始数据见表 B.4。

5 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 识别样品、实验室和分析日期等资料；



- b) 引用标准；
- c) 遵守本标准规定的程度；
- d) 分析结果及其表示；
- e) 测定中观察到的异常现象；
- f) 本标准未规定的操作或任何可能影响结果的操作。



附 录 A
(规范性附录)
试样分析结果接受程序流程图

试样分析结果接受程序流程图如图 A.1 所示。

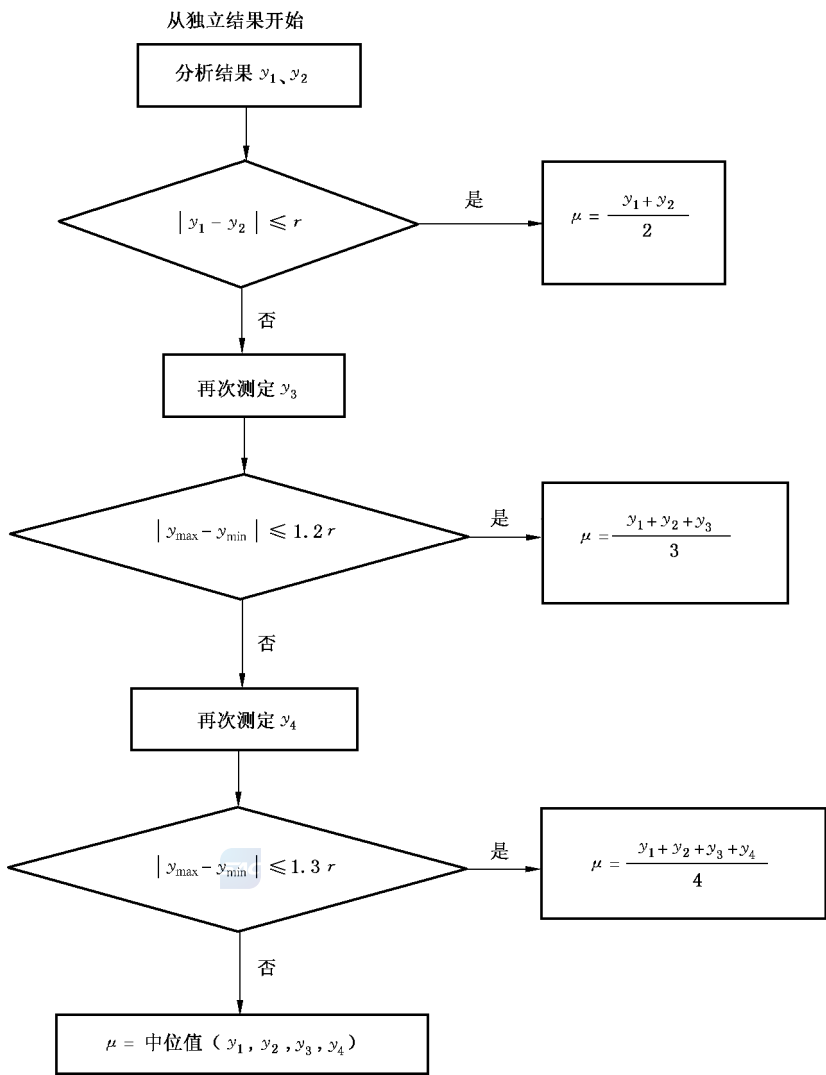


图 A.1 试样分析结果接受程序流程图

附 录 B
(资料性附录)

精密度试验函数关系式及原始数据

B.1 分光光度法测定氧化铝精密度试验函数关系式及原始数据

精密度数据是在 2011 年由 8 个实验室对氧化铝含量的 5 个不同水平试样进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的氧化铝含量在重复性条件下独立测定 3 次。共同试验数据按 GB/T 6379.2 进行统计分析,所确定的精密度函数关系式见表 B.1。

表 B.1 分光光度法测定氧化铝精密度函数关系式

氧化铝的质量分数	重复性限 r	再现性限 R
0.01%~0.75%	$r=0.000\ 968\ 9+0.065\ 42m$	$R=0.002\ 221+0.112\ 9m$
式中: m 是两个分析结果的平均值(质量分数)。		

测量的原始数据见表 B.2。

表 B.2 分光光度法测定氧化铝精密度试验原始数据

实验室	氧化铝的含量(质量分数)/%				
	1	2	3	4	5
1	0.043 2	0.084 2	0.179	0.334	0.642
	0.043 6	0.084 6	0.184	0.346	0.638
	0.044 0	0.085 0	0.170	0.352	0.648
2	0.040 0	0.084 7	0.192	0.357	0.608
	0.040 0	0.086 8	0.186	0.352	0.607
	0.041 0	0.082 7	0.183	0.354	0.603
3	0.040 4	0.087 1	0.181	0.383	0.640
	0.039 8	0.086 1	0.202	0.376	0.637
	0.038 8	0.080 9	0.174	0.354	0.610
4	0.044 0	0.084 0	0.203	0.348	0.616
	0.042 1	0.082 5	0.188	0.348	0.621
	0.043 9	0.081 6	0.195	0.356	0.610
5	0.038 0	0.083 1	0.155	0.320	0.617
	0.036 0	0.082 4	0.169	0.349	0.631
	0.041 0	0.084 5	0.164	0.345	0.625



表 B.2 (续)

实验室	氧化铝的含量(质量分数)/%				
	1	2	3	4	5
6	0.038 1	0.084 1	0.177	0.348	0.629
	0.037 8	0.085 0	0.180	0.353	0.630
	0.039 0	0.086 6	0.184	0.358	0.623
7	0.044 4	0.079 7	0.184	0.381	0.605
	0.043 9	0.084 2	0.181	0.369	0.606
	0.044 7	0.086 2	0.190	0.382	0.604
8	0.045 1	0.082 5	0.198	0.357	0.586
	0.044 6	0.085 3	0.201	0.366	0.591
	0.042 6	0.086 2	0.203	0.371	0.580

B.2 络合滴定法测定氧化铝精密度试验函数关系式及原始数据

精密度数据是在 2011 年由 8 个实验室对氧化铝含量的 5 个不同水平试样进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的氧化铝含量在重复性条件下独立测定 3 次。共同试验数据按 GB/T 6379.2 进行统计分析,所确定的精密度函数关系式见表 B.3。

表 B.3 络合滴定法测定氧化铝精密度函数关系式

氧化铝的质量分数	重复性限 r	再现性限 R
$>0.5\%$	$\lg r = -1.583\ 4 + 0.803\ 6 \lg m$	$R = 0.007\ 098 + 0.041\ 20m$
式中: m 是两个分析结果的平均值(质量分数)。		

测量的原始数据见表 B.4。

表 B.4 络合滴定法测定氧化铝精密度试验原始数据

实验室	氧化铝含量(质量分数)/%				
	1	2	3	4	5
1	0.482	0.722	0.942	1.942	3.942
	0.485	0.738	0.968	1.942	3.942
	0.482	0.740	0.942	1.952	3.958
2	0.461	0.724	0.934	1.881	3.873
	0.459	0.739	0.927	1.926	3.870
	0.466	0.726	0.938	1.931	3.912

表 B.4 (续)

实验室	氧化铝含量(质量分数)/%				
	1	2	3	4	5
3	0.459	0.747	0.925	1.907	3.976
	0.446	0.754	0.912	1.871	3.874
	0.464	0.734	0.943	1.947	3.946
4	0.464	0.737	0.915	1.912	3.899
	0.469	0.736	0.915	1.922	3.909
	0.471	0.739	0.918	1.922	3.909
5	0.479	0.744	0.918	1.927	3.793
	0.510	0.760	0.938	1.907	3.824
	0.469	0.739	0.930	1.927	3.854
6	0.462	0.706	0.930	1.944	3.935
	0.469	0.709	0.927	1.936	3.942
	0.459	0.711	0.931	1.941	3.938
7	0.462	0.729	0.927	1.843	3.857
	0.459	0.735	0.930	1.849	3.889
	0.457	0.735	0.924	1.838	3.857
8	0.462	0.729	0.927	1.843	3.857
	0.459	0.735	0.930	1.849	3.889
	0.457	0.735	0.924	1.838	3.857

