

二氧化铀中硅的比色测定*

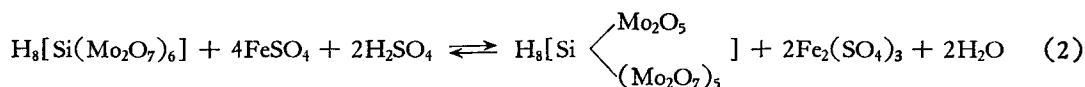
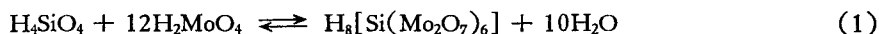
馬庆仁 程明远

一、引言

微量硅的比色测定,有吡咯法^[1]、钼黄法^[1,2,3,3,19]、钼蓝法^[1,5-9,10]等。吡咯法虽灵敏度较高,但由于颜色不够稳定,故未被广泛采用。钼黄法不适用于二氧化铀中硅的分析,因大量铀的存在使溶液亦呈黄色,需要分离;且此法灵敏度较钼蓝法低五倍多^[8,9]。因此经试验后,我们采用了以亚铁为还原剂的钼蓝比色法,此法不但灵敏度高,颜色稳定时间长,而且大量铀的存在亦不干扰测定。

干扰元素有磷、砷、钒、锆、三价铁等,可在提高酸度下加入草酸以消除之。

本试验采用的以亚铁为还原剂的钼蓝比色法,是基于硅酸与钼酸在酸性溶液中生成黄色硅钼杂多酸,经亚铁还原为钼蓝,借此蓝色比色测定。反应过程如下:



二、实验部分

1. 试剂和仪器

实验中所用的蒸馏水均是二次蒸馏的,凡中性或碱性试剂均用聚乙烯制成的塑料器皿储存。

1. 盐酸(G.R.): $d = 1.19$ (北京试剂厂)。

2. 硝酸(G.R.): $d = 1.42$ (北京试剂厂)。

3. 混合酸: 在 700 毫升蒸馏水中加入 100 毫升盐酸、200 毫升硝酸,混匀后保存在 1000 毫升磨口瓶中备用。

4. 无水碳酸钠(G.R., 北京试剂厂)。

5. 硫酸(G.R.): $d = 1.84$ 。

(1) $3\text{NH}_4\text{SO}_4$: 83 毫升浓硫酸在搅拌下慢慢注入盛有 917 毫升水的烧杯中,冷却后,保存在 1000 毫升磨口瓶中。

(2) $8\text{NH}_4\text{SO}_4$: 222 毫升浓硫酸在搅拌下慢慢注入 778 毫升水中,冷却后,保存在 1000 毫升磨口瓶中。

6. 草酸-硫酸: 300 毫升 4% 草酸(G.R.)水溶液与 100 毫升 $8\text{NH}_4\text{SO}_4$ 混合。

7. 5% 钼酸铵溶液: 50 克钼酸铵(A.R., 北京试剂厂)溶于 500 毫升(不过 60°C)水中,待完全溶解后通过中等密度(含硅极少的)滤纸过滤于塑料瓶中,再加入 500 毫升水混匀。

8. 6% 硫酸亚铁铵溶液: 30 克硫酸亚铁铵(A.R.)中加 2 毫升 1:1 硫酸,加水 300 毫升待完全溶解后,通过中等密度(含硅极少的)滤纸过滤于棕色瓶中,再加水 200 毫升混匀。

* 国家科学技术委员会于 1961 年 10 月 31 日收到。

9. 0.1% 溴酚绿指示剂: 用 2 毫升 1% 氢氧化铵温热 0.1 克溴酚绿直至溶解, 用水稀释到 100 毫升, 保存在塑料瓶中备用。

10. 浓氢氧化铵: 重蒸馏, 吸收瓶与氨气导出管应使用塑料的, 以免带入硅。

11. 标准硅溶液的配制: 准确称取 0.5 克光谱纯的在 900°C 下灼烧过的二氧化硅于铂坩埚中, 加入 5 克无水碳酸钠, 混合后, 在 900—950°C 下熔融 30 分钟左右。熔好后, 冷却, 用水浸取于铂蒸发皿中, 待熔融物完全溶解后, 迅速移入盛有 200 毫升左右蒸馏水的 500 毫升容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 迅速移入干燥的塑料瓶中(必要时用重量法标定)。

取上述溶液 5 毫升于 500 毫升容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀后, 移入干燥的塑料瓶中备用, 1 毫升含 0.01 毫克 SiO_2 。

12. 国产 71 型高级光电比色计。

13. 铂坩埚(15—30 毫升)和铂蒸发皿(100 毫升)。

14. 无灰滤纸: 直径 9 厘米, 含硅量极少。

2. 操作方法

根据我们原有分析方法^[1]和一些有关钼蓝法测定二氧化硅的文献介绍, 拟定的操作手续(整个试验过程中加入的硅均以二氧化硅计)是: 取适量的硅标准溶液于 50 毫升容量瓶中, 加 2 毫升 3N H_2SO_4 , 以水稀释至 20—25 毫升后加 5 毫升 5% 钼酸铵, 放置 10—20 分钟, 加入 10 毫升草酸-硫酸(沿杯壁加入), 迅速加入 2.5 毫升 6% 硫酸亚铁铵, 用水稀释至刻度(上述每加一种试剂均需摇匀), 10—20 分钟后比色测定(用 5 厘米比色槽, 590 毫微米滤光片)。

3. 实验结果

(1) 选择滤光片消除钍的干扰试验 结果列于表 1。采用波长为 650, 590, 530 毫微米的

表 1 选择滤光片试验结果

滤光片		加 U 量, 毫克	E_1	加 SiO_2 量, 毫克	E_2 (无 U)
波长, 毫微米	颜色				
420	深蓝	200	0.510	0.010	0.233*
460	淡蓝	200	0.383	0.010	0.198
500	绿	200	0.067	0.010	0.141
530	草绿	200	0.008	0.010	0.130
590	桔黄	200	0.007	0.010	0.190
650	深红	200	0.008	0.010	0.196

* 此消光值是由于蓝色溶液中带有黄色所致。

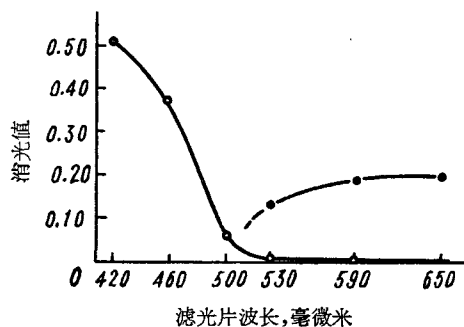


图 1 吸收曲线

○——黄色吸收曲线; ●——蓝色吸收曲线。

滤光片, 铈存在量为 200 毫克/50 毫升时不干扰测定。我们采用 590 毫微米滤光片(见图 1)。(比色计消光值误差为 0.005。)

(2) **酸度试验** 采用本法进行试验, 钼蓝的显色酸度控制一般是在钼黄显色后加入 10 毫升草酸-硫酸^[5,7,10,17], 此混合酸的适用范围较大^[7], 故我们仅试验了钼黄显色的酸度范围, 结果列于表 2。

表 2 酸度试验结果
加入 0.0200 毫克 SiO_2 , 温度 25℃

酸度, N	0.03	0.06	0.12	0.18	0.24	0.30	0.36	0.42	0.48	0.60
回收 SiO_2 , 毫克	0.0133	0.0180	0.0197	0.0192	0.0200	0.0205	0.0204	0.0200	0.0166	0.0030
	0.0162	0.0180	0.0189	0.0197	0.0199	0.0196	0.0196	0.0212	0.0072	0.0070
回收率, %	74	90	97	99	100	98	98	101	85	25

形成硅钼黄的适当酸度一般认为 0.1—0.3N^[11,12], 也有的认为 0.1—0.6N^[5], 而我们的试验证明在 0.12—0.42N 的硫酸酸性溶液内, 钼黄可以完全形成, 我们选用的酸度为 0.24N。

(3) 温度试验

(i) 温度的增高不但能加速硅钼黄的形成, 而且也能大大增加酸度的适用范围^[7], 室温时应放置 15 分钟以上^[7]。试验列于表 3。

表 3 温度对钼黄形成的影响
加入 0.0100 毫克 SiO_2 , 加钼酸铵后保温 10 分钟。

温度, °C	16	25	35	45
回收 SiO_2 , 毫克	0.0100	0.0098	0.0098	0.0095
	0.0100	0.0102	0.0101	0.0098

从表 3 看出, 温度为 16—45℃ 时在 10 分钟内钼黄还是稳定的, 在操作中应根据不同的室温在加入钼酸铵后放置 10—20 分钟, 使钼黄完全显色后, 再加草酸-硫酸。

(ii) 温度对钼蓝形成的影响: 试验结果列于表 4。从表 4 看出, 钼蓝的显色很迅速, 在 16—40℃ 下, 放置 10—20 分钟, 可以保证完全显色。

表 4 温度对钼蓝形成的影响
加入 0.0100 毫克 SiO_2 , 保温 10 分钟。

温度, °C	16	25	35	40
回收 SiO_2 , 毫克	0.0100	0.0099	0.0099	0.0099
	0.0100			0.0104

(4) 时间的试验

(i) 钼黄形成与稳定的时间: 实验结果列于表 5。

表 5 钼黄形成与稳定的时间
加入 0.0100 毫克 SiO_2 , 温度 16℃。

放置时间, 分	5	10	20	40	60	180
回收 SiO_2 , 毫克	0.0102	0.0100	0.0101	0.0100	0.0098	0.0094

(ii) 加入草酸-硫酸后钼黄稳定时间: 实验结果列于表 6。实验证明: 加入草酸-硫酸混

合酸后,应在3分钟内加入还原剂,否则由于钼黄被草酸破坏而造成结果偏低。

表6 加入草酸-硫酸后钼黄稳定时间
加入0.0100毫克 SiO₂, 温度16℃。

放置时间,分	1	3	5	10	20	40	60
回收 SiO ₂ , 毫克	0.0100	0.0098	0.0094	0.0087	0.0082	0.0072	0.0067
回收率, %	100	98	94	87	82	72	67

(iii) 钼蓝稳定时间: 实验结果列于表7。实验证明: 15小时以内结果稳定, 文献介绍在适当条件下钼蓝可稳定24小时之久^[5]。

表7 钼蓝稳定时间
试验 I 加入 0.0100 毫克 SiO₂, 试验 II 加入 0.0200 毫克 SiO₂ 温度 16℃ 左右。

放置时间,分		5	10	20	40	60	180	900
回收 SiO ₂ , 毫克	试验 I	0.0100 0.0103	0.0100 0.0100	0.0100 0.0100	0.0100 0.0098	0.0100 0.0100	0.0100 0.0100	0.0100 0.0098
	试验 II	— —	— —	— —	— —	— —	0.0200 0.0196	0.0200 0.0189

(5) 5% 钼酸铵加入量试验 实验结果列于表8。实验证明: 钼酸铵适用量范围很大, 但少于4毫升时结果偏低, 在试验中加入5毫升5%钼酸铵是比较适合的。

表8 钼酸铵加入量的影响
加入0.0100毫克 SiO₂, 按前面操作手续, 只改变钼酸铵加入量。

5%钼酸铵, 毫升	3.0	3.3	4.0	4.5	5.0	5.5	6.0	6.5	7.0
回收 SiO ₂ , 毫克	0.0075	0.0082	0.0101	0.0102	0.0103	0.0101	0.0102	0.0101	0.0101
	0.0075	0.0084	0.0103	0.0104	0.0105	0.0103	0.0104	0.0103	0.0103

(6) 6% 硫酸亚铁铵用量试验 实验结果列于表9。实验证明: 硫酸亚铁铵的用量范围很大, 在我们工作中加入6%硫酸亚铁铵2.5毫升。

表9 硫酸亚铁铵用量的影响
加入0.0100毫克 SiO₂。

6%硫酸亚铁铵, 毫升	0.5	1.0	1.5	2.0	3.0
回收 SiO ₂ , 毫克	0.0095	0.0101	0.0103	0.0102	0.0101
6%硫酸亚铁铵, 毫升	3.5	4.0	5.0	5.5	6.0
回收 SiO ₂ , 毫克	0.0106	0.0100	0.0106	0.0101	0.0100

(7) 干扰元素的试验

(i) 磷的干扰: 实验结果列于表10。虽然磷酸根也能生成磷钼酸, 但由于加入草酸使其破坏, 故有1毫克磷存在也不会干扰测定。

表10 磷的干扰情况

加入 SiO ₂ , 毫克	加入 P, 毫克	回收 SiO ₂ , 毫克	SiO ₂ :P
0.0100	0.50	0.0100; 0.0102	1:50
0.0100	1.00	0.0100; 0.0102	1:100

(ii) 砷的干扰: 实验结果列于表 11, 实验证明在 2 毫克砷存在下, 也不会干扰测定。

表 11 砷的干扰情况

加入 SiO ₂ , 毫克	加入 As, 毫克	回收 SiO ₂ , 毫克	SiO ₂ :As
0.0100	0.30	0.0100;0.0100	1:30
0.0100	0.50	0.0100;0.0100	1:50
0.0100	1.00	0.0100;0.0101	1:100
0.0100	2.00	0.0105	1:200

(iii) 氟的干扰: 实验结果列于表 12, 实验证明: 氟存在高于 1 毫克时, 结果不稳定, 氟的存在可以加入适当铝盐以消除其影响^[9], 文献 [5] 介绍在氟量不大于硅含量时对测定硅反而有利。

表 12 氟的干扰情况

加入 SiO ₂ , 毫克	加入 F, 毫克	回收 SiO ₂ , 毫克	SiO ₂ :F
0.0100	0.50	0.0100;0.0098;0.0104	1:50
0.0100	1.00	0.0107;0.0104;0.0101	1:100
0.0100	1.50	0.0118;0.0107;0.0170	1:150
0.0100	2.00	0.0135;0.0112;0.0129	1:200

(iv) 钒的干扰: 实验结果列于表 13, 证明 0.6 毫克钒存在时不干扰测定, 大于 0.6 毫克时绿色产生, 影响测定。

表 13 钒的干扰情况

加入 SiO ₂ , 毫克	加入 V, 毫克	回收 SiO ₂ , 毫克	SiO ₂ :V
0.0100	0.10	0.0099;0.0100	1:10
0.0100	0.30	0.0099;0.0100	1:30
0.0100	0.50	0.0106	1:50
0.0100	0.60	0.0100	1:60

(v) 硼的干扰: 实验结果列于表 14, 实验证明, 有 20 毫克硼存在时不干扰测定, 文献 [14] 介绍加入硼除 F 的干扰, 而过量的硼并不除去。

表 14 硼的干扰情况

加入 SiO ₂ , 毫克	加入 B, 毫克	回收 SiO ₂ , 毫克	SiO ₂ :B
0.0100	3.0	0.0099	1:300
0.0100	4.0	0.0099	1:400
0.0100	5.0	0.0099	1:500
0.0100	10.0	0.0101	1:1000
0.0100	20.0	0.0102	1:2000

(vi) 钛的干扰: 实验结果列于表 15, 实验证明钛不干扰测定。在钛的冶金技术分析中^[15] 不分离钛而测定硅。

表 15 钛的干扰情况

加入 SiO ₂ , 毫克	加入 Ti, 毫克	回收 SiO ₂ , 毫克	SiO ₂ :Ti
0.0100	2.0	0.0104;0.0105	1:200
0.0100	3.0	0.0100;0.0100	1:300
0.0100	4.0	0.0100;0.0097	1:400

(vii) 磷、钒、砷、氟和硼等混合干扰: 实验结果列于表 16。实验证明: 有一定量的磷、砷、钒、氟和硼存在时不干扰测定, 而在二氧化铈中完全可以不考虑这些元素的干扰。

表 16 磷、砷、钒、氟和硼等混合的干扰情况
加入 0.0200 毫克 SiO_2 。

元 素	P	As	V	F	B	回收 SiO_2 , 毫克
加入量, 毫克	1.0	2.0	0.3	0.5	10.0	3.0196; 0.0204; 0.0197

(viii) NO_2^- 的干扰: 实验结果列于表 17。 NO_2^- 的存在严重干扰测定, 使颜色逐渐变为棕黑色。

表 17 NO_2^- 的干扰情况

加入 SiO_2 , 毫克	加入 NO_2^- 毫克	回收 SiO_2 , 毫克	回收率, %
0.0200	0.10	0.0214	107
0.0200	0.50	0.0233	117
0.0200	2.00	0.300	150

(ix) H_2O_2 的干扰: 实验结果列于表 18。 H_2O_2 严重干扰测定, 这是由于 H_2O_2 与钼酸铵

表 18 H_2O_2 的干扰情况
加入 0.0500 毫克 SiO_2 , 加入不同数量的 0.3% H_2O_2 。

0.3% H_2O_2 , 毫升	0	0.041	0.10	0.30	1.00	1.50	2.00	2.50
回收 SiO_2 , 毫克	0.0500	0.0410	0.0475	0.0466	0.0300	0.0170	0.0120	—
回收率, %	100	96	95	93	60	34	24	—

生成黄色化合物^[23]而降低了溶液中钼酸的浓度所致。

(x) NO_3^- 的干扰: 实验结果列于表 19。从表 19 看出, 在 20°C 以下有 8.5 毫升 1% HNO_3 存在时不干扰测定。

表 19 NO_3^- 的干扰情况
加入 0.0500 毫克 SiO_2 , 加不同数量 1% HNO_3 。

加入 1% HNO_3 , 毫升	0.1	0.5	1.1	1.5	2.5	3.5	4.5	8.5
回收 SiO_2 , 毫克	0.0490	0.0506	0.0499	0.0510	0.0515	0.0502	0.0502	0.0500

(8) 标准曲线的绘制(示例) 取 0, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0, 3.5 毫升 SiO_2 浓度为 10 微克/毫升的标准溶液于 50 毫升容量瓶中, 用水稀释至 15—20 毫升, 加入 3N H_2SO_4 2 毫升, 5% 钼酸铵 5 毫升, 用水洗瓶壁(瓶内溶液体积不超过 30 毫升)充分摇匀, 放置 10—20 分钟, 在摇动下沿瓶壁迅速加入草酸-硫酸 10 毫升, 并迅速加入 2.5 毫升硫酸亚铁铵, 用水稀释至刻度(上述每加入一种试剂都应摇匀), 放置 10—20 分钟后比色。结果列于表 20, 21, 22。

表 20 用 5 厘米比色槽, 590 毫微米滤光片时测定的结果

SiO_2 , 微克/50 毫升	7	11	15	20	31	37	35
E_1	0.102	0.160	0.215	0.327	0.400	0.450	0.510
E_2	—	0.172	0.220	0.332	0.400	0.464	0.530

表 21 用 2 厘米比色槽、590 毫微米滤光片时测定的结果

SiO ₂ , 微克/50 毫升	10	30	50	70	100
E ₁	0.044	0.156	0.274	0.330	0.567
E ₂	0.048	0.165	0.279	0.336	0.570

表 22 用 1 厘米比色槽、590 毫微米滤光片时测定的结果

SiO ₂ , 微克/50 毫升	30	70	110	150	190	230
E	0.090	0.220	0.320	0.440	0.560	0.675

以上三种情形均能遵从比尔定律而得到直线形的标准曲线。

三、试样分析

对于二氧化铀中硅的测定,文献介绍用酸碱法处理样品^[4],也有提倡加几滴氢氟酸在低温下处理样品^[6],但需时间太长。我们采用了酸碱法处理样品,效果良好。

1. 分析手续¹⁾

试样分析手续如下:

(1) 取样 0.5—2.0 克(视硅含量而定)于 100 毫升烧杯中,加混合酸 5—10 毫升,摇动并放置 5 分钟后,再在砂浴上加热直至样品溶解,用水稀释至体积约 15—20 毫升,继续浓缩至 10 毫升左右。取下稍冷,通过直径为 9 厘米(含硅极少)滤纸过滤于 100 毫升容量瓶中,用水将杯内不溶物全部转移到滤纸上,并用水洗 2—3 次,将残渣同滤纸放在铂坩埚中小心灰化并在 800℃ 以上灼烧后,在坩埚中加 0.5 克无水碳酸钠混匀,在 900—950℃ 下小心熔融 5—10 分钟。冷却熔融物,加入 1—2 毫升水,再加一滴溴酚绿指示剂,用 20% 盐酸中和至熔融物全部溶解,并使溴酚绿恰好呈酸性反应,加热除去 CO₂,再通过含硅极少的滤纸过滤于原先的 100 毫升容量瓶中,和原滤液合并,洗坩埚及滤纸各 2—3 次用水稀释至刻度,摇匀。

(2) 取上述溶液 5—20 毫升于 50 毫升容量瓶中用水稀释至 15—20 毫升,用氢氧化铵调至刚出现沉淀,并用 3N H₂SO₄ 正好过量一滴即使沉淀溶解(避免过量酸),再加 2 毫升 3NH₂SO₄,加 5 毫升 5% 钼酸铵,用水洗瓶壁(瓶内溶液体积不超过 30 毫升),静置 10—20 分钟,然后在摇动下沿杯壁迅速加入草酸-硫酸 10 毫升,再迅速加入 2.5 毫升硫酸亚铁铵,用水稀释至刻度(上述每加入一种试剂都必须摇匀),放置 10—20 分钟后比色(与作样品分析同时,应作空白试验,作空白试验时除了不加样品外,其他条件均与样品相同)。

按下式计算硅含量:

$$\text{Si}(\%) = \frac{0.467 \cdot \gamma}{10000W}$$

1) 注意事项:

1. 进行分析时必须严格遵守操作规程,每个细环节都应严格注意。所用试剂,尤其氢氧化铵应用塑料容器进行纯化。
2. 所用仪器、滤纸应严格要求清洁,所用试剂:如蒸馏水、氢氧化铵、钼酸铵、硫酸亚铁铵等在用以前都应经过检查(作空白试验)。
3. 在灰化、灼烧酸不溶物时,滤纸必须灼烧尽。
4. 空白试验结果的高低对分析结果影响较大,必需作双分空白试验。
5. 草酸除了破坏磷钼酸、砷钼酸及络合三价铁等外,还能破坏硅钼杂多酸,但在加入草酸后 3 分钟以内黄色硅钼杂多酸还是稳定的,故应在加入草酸-硫酸后,3 分钟内加入亚铁。
6. 标准曲线应经常校正。

式中: 0.467 为 SiO_2 换算成 Si 的系数; γ 为从曲线中查得所测样品中 SiO_2 的量, 微克; W 为所测样品重量, 克。

2. 样品的分析数据

样品的分析数据结果列于表 23。

表 23 硅的测定方法验收数据(以 Si 计)

分析号	结果, %	平均结果, %	说 明
1	3.9×10^{-3}	4.0 × 10 ⁻³	1. 样品原测结果为 4.0 × 10 ⁻³ %; 2. 系 8 人测得结果。
2	4.1×10^{-3}		
3	3.7×10^{-3}		
4	3.7×10^{-3}		
5	4.0×10^{-3}		
6	3.9×10^{-3}		
7	4.1×10^{-3}		
8	4.3×10^{-3}		

四、结 论

1. 实验确定了二氧化铀中硅的测定方法: 用酸溶解样品后, 不溶渣用无水碳酸钠熔融, 所得溶液中之硅酸与钼酸所生黄色硅钼杂多酸, 用亚铁还原成蓝色硅钼杂多酸, 通过 590 毫微米滤光片光电比色测定硅。

2. 实验证明: (1) 530—650 毫微米的滤光片可以消除铀的黄色影响; (2) 加入草酸可以消除磷、砷、三价铁等的干扰; (3) 以亚铁为还原剂, 适用范围大, 样品分析时正常温度下蓝色硅钼杂多酸可稳定 2 小时之久。

3. 方法适用范围为 5—250 微克 SiO_2 /50 毫升, 精密度为 $\pm 10\%$ ¹⁾。

参 考 文 献

- [1] D. F. Boltz, Colorimetric Determination of Nonmetals, Chapter III, 1958.
- [2] 矿物原料分析, 地质出版社 52(1959).
- [3] 贾振国、袁秀顺、徐 霞, 中国科学院应用化学研究所集刊, 第一集, 49 页。
- [4] Walkden, J. Heathfield, K. E. Miss, AERE-AM-37(1959).
- [5] 鞍钢中央试验室化学试验室编, 钢铁厂化验工读本, 189 页, 1960 年。
- [6] 后藤秀弘、柿田八千代、铃木进, 金属材料的光度定量法, 67 页。
- [7] 金属的特快分析法(第一辑), 冶金工业出版社 10、40、60 页, 1959 年。
- [8] A. K. 巴布科, A. T. 彼利平科, 比色分析, 化学工业出版社, 233 页。
- [9] И. А. Суноренская, Технический анализ в цветной металлургии, стр 99, 1957.
- [10] 天津钢铁厂编, 钢铁分析。
- [11] 蔡显丰, 比色法测定磷的显色条件, 化学世界, 462(1958)。
- [12] 铍的冶金分析, 冶金工业出版社, 46 页, 1959 年。
- [13] 周勤伯, 常用试剂与金属离子的反应, 28 页。
- [14] 化学文摘(分析化学部分), 第 1 期, 1961 年。
- [15] 钛的冶金技术分析, 冶金工业出版社, 21 页, 1959 年。
- [16] 化学文摘(化学分析部分) 1961 年(第 2、3 期) 34521。
- [17] 冶金工业部地质研究所编, 矿石分析经验交流会议报告汇编 168 页。
- [18] 二氧化硅的比色测定, 未发表。
- [19] Р. Ж. Химия, № 8, 6Д 151 (1961)。

(编辑部收稿日期 1965 年 11 月 6 日)

1) 精密度计算公式: 精密度 = $\pm \frac{t \cdot \sigma / \sqrt{n}}{\bar{x}} \cdot 100$. 式中, 标准偏差 $\sigma = \pm \sqrt{\frac{\sum(x - \bar{x})^2}{n - 1}}$.