

铜精矿化学分析方法
第 3 部分：硫含量的测定
重量法和燃烧-滴定法

编制说明
(征求意见稿)

一、工作简况

1.1 任务来源

根据《国家标准化管理委员会关于下达 2023 年第四批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知》（国标委发[2023]63 号），确定了《铜精矿化学分析方法 第 3 部分：硫量的测定 重量法和燃烧滴定法》修订项目由全国有色标准化技术委员会归口，修订工作由铜陵有色金属集团股份有限公司负责，计划编号：（国标委发[2023]63 号 20232185-T-610），项目周期为 16 个月，项目计划完成时间为 2024 年 4 月 28 日。

1.2 制定背景

1.2.1 目的和意义

铜精矿是将低品位的含铜原矿石经过粉碎球磨后，用药剂浮选分离捕集含铜矿物，使铜含量提高到一定质量指标的精矿，可直接作为铜冶炼的原料。铜常与硫元素伴生，快速准确地测定铜精矿中的硫含量，可以直接为生产服务，对改进铜矿精选工艺，提高铜矿的回收利用率，节约资源，创建可持续发展的和谐社会提供科学依据，具有一定的现实意义。铜渣精矿是在铜冶炼过程中熔炼和吹炼所产生的炉渣，经浮选方法得到供冶炼铜用的铜渣精矿，属有色金属渣的一种。铜渣中含有大量的可利用的资源。

现行标准中铜渣精矿仅有燃烧滴定法测定，而重量法测定硫含量往往作为仲裁方法。而燃烧滴定法测定铜精矿和铜渣精矿中硫的含量测定范围不同，且称样量含量分段点也不同。因此，将铜精矿与铜渣精矿中硫含量测定方法整合，为我国铜精矿的冶炼制造业发展发挥着重要作用。

1.2.2 项目的必要性阐述

国家标准委、中央网信办等十部门印发《“十四五”推动高质量发展的国家标准体系建设规划》中指出要提升推荐性国家标准效率，持续推进推荐性国家标准优化整合。国家标准化管理委员会印发《2022 年全国标准化工作要点》中指出要持续优化存量标准结构，实现标准体系动态维护。

目前中国已发展成为全球最大的铜消费国、铜加工制造业基地、铜基础产品输出国，实现了中国铜工业的持续快速发展，并在世界铜行业内充当了重要角色。随着铜量需求不断地增加，铜精矿产量也在不断增加，铜产业的发展前景十分开阔。

铜渣精矿是在铜冶炼过程中熔炼和吹炼所产生的炉渣，经浮选方法得到供冶炼铜用的铜渣精矿，属有色金属渣的一种。铜渣中含有大量的可利用的资源。现代炼铜工艺侧重于

提高生产效率，渣中的残余铜含量增加，回收这部分铜资源是现阶段处理铜冶炼渣的主要目的，同时，渣中的大部分贵金属是与铜共生的，回收铜的同时也能回收大部分的贵金属。在有色金属冶炼过程中产生的废渣数量大、品种多。有色金属冶炼废渣的成份复杂，往往会对周围环境造成不同程度的污染。而且不少冶炼废渣中还含有可以利用的重金属成份，这些废渣弃之有害，用之则变宝。

GB/T 3884.3-2012《铜精矿化学分析方法 第3部分:硫含量的测定 重量法和燃烧中和滴定法》自2013年10月起实施，YS/T 1046.3-2015《铜渣精矿化学分析方法 第3部分 硫量的测定 燃烧滴定法》2015年10月起实施，硫量分析存在以下问题：

一) 同一个元素有2个标准号。其中铜精矿中第3部分和铜渣精矿第3部分，均为硫量的测定，而铜渣精矿和铜精矿测定硫含量所用燃烧-滴定法在样品称样分段、测定范围等方面存在差异：铜精矿测定范围为10.00%-42.00%、铜渣精矿测定范围为：3%-18%；另外，该方法中称样量分段的区间也不一致，铜精矿以35%为分段点、铜渣精矿以10%为分段点。

二) 重量法测定硫，是作为仲裁方法适用，其准确度高，重现性好，而铜渣精矿缺少重量法测定硫的方法。

三) 铜精矿标准于2012年发布实施，铜渣精矿标准于2015年发布实施。随着近几年铜精矿物料的变化，铜精矿的性质也发生了变化，样品的复杂程度增加，将对样品前处理方式进一步优化和完善，增加标准的有效性，从而满足市场需求。

将铜精矿与铜渣精矿中硫含量标准测定方法整合修订，准确测定铜精矿中硫含量对于改进铜矿精选工艺，提高铜矿的回收利用率具有重要意义。

1.2.3 项目的可行性阐述

目前国内已有GB/T 3884.3-2012《铜精矿化学分析方法 第3部分:硫含量的测定 重量法和燃烧中和滴定法》和YS/T 1046.3-2015《铜渣精矿化学分析方法 第3部分 硫量的测定 燃烧滴定法》，而重量法测定铜渣精矿中硫含量仍是空白，燃烧滴定法测定铜精矿中硫含量测定范围下限仅为10%。而随着物料的复杂程度加大，不同含量的含硫铜精矿和铜渣精矿检测需求，修订整合原有标准，并填补铜渣精矿重量法测定硫的空白，有利于未来铜精矿贸易争议等问题。

1.3 主要参加单位和工作成员所作的工作

铜陵有色金属集团股份有限公司作为起草单位，在标准修订过程中承担以下工作：

- (1) 负责样品的收集与发放；

- (2) 负责撰写《铜精矿化学分析方法 第3部分：硫量的测定 重量法和燃烧-滴定法》；
- (3) 负责组织验证单位完成验证，并在综合各验证单位意见的基础上提出《标准征求意见稿》；
- (4) 负责在标准预审会、审定会上进行项目介绍和答辩，最终形成报批稿，协助标准化技术委员会秘书处完成标准报批工作。

具体见表1。《铜精矿化学分析方法 第3部分：硫量的测定 重量法和燃烧-滴定法》分为两个方法，方法1为重量法，方法2为燃烧-滴定法，一验单位与二验单位均需对两种方法进行实验验证。其中一验单位按照起草单位试验报告对主要参数进行验证并给出结论，并协助起草单位完成标准报批稿的校核工作。二验单位负责对样品进行测定，提供试样样品精密度数据，并对标准文本提出修改意见。

大冶有色设计研究院有限公司、江西铜业股份有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、阳新弘盛铜业有限公司提供了铜精矿的样品。

序号	单位名称	起草或验证情况
1	铜陵有色金属集团股份有限公司	起草单位
2	大冶有色设计研究院有限公司	一验单位
3	中国有色桂林矿产地质研究院有限公司	一验单位
4	深圳市中金岭南有色金属股份有限公司	一验单位
5	紫金矿业集团股份有限公司	一验单位
6	山东中金岭南铜业有限责任公司	一验单位
7	北矿检测技术股份有限公司	一验单位
8	江西铜业股份有限公司	一验单位
9	长沙矿冶院检测技术有限责任公司	一验单位
10	葫芦岛锌业股份有限公司	一验单位
11	金川集团股份有限公司	二验单位
12	中国检验认证集团广东有限公司黄埔分公司	二验单位
13	阳谷建发铜业有限公司	二验单位
14	湖北省地质局第一地质大队	二验单位
15	广西金川有色金属有限公司	二验单位
16	江西铜业铅锌金属有限公司	二验单位
17	广东省科学院工业分析测试中心	二验单位
18	湖南省分析测试中心有限公司	二验单位
19	郴州市产商品质量监督检验所	二验单位
20	山东恒邦冶炼股份有限公司	二验单位

1.4 起草过程

全国有色标准化技术委员会于2024年3月召开有色标准工作会议对标准计划《铜精矿化学分析方法 第3部分：硫量的测定 重量法和燃烧-滴定法》进行任务落实。会议确定了标准修订的起草单位和验证单位，落实了标准修订项目的进度安排和任务分工。

2024年4月，铜陵有色金属集团股份有限公司成立《铜精矿化学分析方法 第3部分：硫量的测定 重量法和燃烧-滴定法》研究小组，并征集实验用铜精矿及铜渣精矿样品。

2024年5月~7月，编制组人员对标准中技术参数进行实验验证，并形成了《铜精矿化学分析方法 第3部分：硫含量的测定 重量法和燃烧-滴定法》（讨论稿）；

2024年8月，起草单位将样品和试验报告发送给各验证单位进行验证和文本校核，至2024年9月中下旬，各验证单位反馈验证报告并提出意见，综合验证单位意见，起草单位对讨论稿进行修改完善。

2024年9月24~9月27日，由全国有色标准化技术委员会主持，在广西柳州召开标准讨论会，来自被大冶有色设计研究院有限公司、北矿检测技术股份有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、江西铜业股份有限公司、金川集团股份有限公司、紫金矿业集团股份有限公司等单位40余名专家代表参会，与会代表在对标准预审稿内容进行认真细致地评审，主要会上提出了以下意见和建议：

a) 重量法标准文本之4.2.1 烧结剂“一份无水碳酸钠与一份氧化锌混合”改为“无水碳酸钠与氧化锌再加入高锰酸钾按照质量比为1: 1: 0.1为混合熔剂”。采纳（经过查阅相关精矿类重量法测定硫含量资料，并经试验验证，将无水碳酸钠与氧化锌按照质量比1: 1比例可满足试验要求，但为防止亚硫酸根产生影响，故采纳）。

b) 重量法标准文本之4.3.5“氯化钡（4.2.4）”改为“氯化钡（4.2.4）稀释至50 mL”，不采纳。（理由：通过调研资料知氯化钡浓度低于100 g/L，沉淀反应不完全）。

c) 重量法实验过程中由于与原标准比较，称样量的区间划分发生变化，建议增加称样量实验。采纳。（根据调研资料及日常经验，称样量过大，可能会有熔剂稀释比过低，影响试样熔融效果）

d) 燃烧滴定法实验过程中由于与原标准比较，称样量的区间划分发生变化，建议增加称样量实验。采纳（根据调研资料及日常经验，称样量影响较小，且试样量过大容易引起燃烧不充分及硫拖尾）。

e) 燃烧滴定法之标准文本5.5.2.3中应先通入氧气，再调节过氧化氢吸收液。采纳。

f) 燃烧滴定法中助熔剂增加W或WO₃助熔剂比对试验，不采纳。（由于钨价格较贵，成本较高，单独作为氧化剂不能完全燃烧）。

g) 燃烧滴定法之标准文本5.5.2.2中，“接通电源，将可控硅温度自动控制器按钮置于“手动位置，分2-3次逐渐加大电压，使炉温升至1250℃。将按钮置于“自动”位置”调整为“接通电源，缓慢升温，使炉温升至1250℃”。采纳。

h) 燃烧滴定法实验中，氟化物干扰实验，增加1.5 mg 梯度氟加入量实验。不采纳

（从多家试验报告中可以较为明显地发现氟加入量超过 1 mg 对硫测定结果有明显影响，虽然 3 mg 氟加入量测得硫含量有些样品会出现略微比 2mg 氟加入量低，是由于氟化物大量加入，燃烧不彻底导致结果偏低，但整体测定含量在超过 1mg 氟加入量后影响程度呈增加趋势）。

柳州会议结束，标准编制组根据讨论结果，对稿件进行完善形成《铜精矿化学分析方法 硫量的测定 重量法和燃烧滴定法》征求意见稿。

二、编制原则

GB/T 3884.3-2012《铜精矿化学分析方法 第 3 部分:硫含量的测定 重量法和燃烧-滴定法》规定重量法测定铜精矿中硫测定范围为 1%~42%，而铜渣精矿中杂质组分较铜精矿较少，且缺少重量法测定铜渣精矿中硫含量，而重量法往往作为仲裁方法，对于铜精矿及铜渣精矿的贸易结算尤为重要。

因此，方法 1 重量法测定铜精矿中硫含量测定方法的使用对象由单一铜精矿变为铜精矿和及铜渣精矿。方法 2 燃烧-滴定法，由于 GB/T 3884.3-2012《铜精矿化学分析方法 第 3 部分:硫含量的测定 重量法和燃烧-滴定法》之燃烧滴定法硫的测定范围为 10~42%，且称样量分段点为 35%。YS/T 1046.3-2015《铜渣精矿化学分析方法 第 3 部分 硫量的测定 燃烧滴定法》中燃烧滴定法硫量测量范围为 3%~18%，称样量分段点为 10%，经过实验探究，将铜精矿及铜渣精矿燃烧-滴定法测定硫的测定范围统计为 3%~42%，以含量 20%为称样量分段点。

另外，本标准起草过程中还遵循了以下原则：

（一）符合性：本标准严格根据 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》和 GB/T 2001.4-2015《标准编写规则 第 4 部分：试验方法标准》的要求进行编写；并按照 GB/T 6739.2-2004《测量方法与结果的准确度》进行数理统计分析。

（二）适用性和先进性：通过充分调研，在 GB/T 3884.3-2012《铜精矿化学分析方法 第 3 部分:硫含量的测定 重量法和燃烧-滴定法》和 YS/T 1046.3-2015《铜渣精矿化学分析方法 第 3 部分 硫量的测定 燃烧滴定法》的基础上，将方法整合，形成灵敏度高精密度和准确度好的分析方法，能较好满足铜精矿及铜渣精矿中硫含量的分析测试要求，提高了本标准的可操作性和先进性。

三、标准主要技术内容的确定依据及主要试验和验证情况分析

（一）起草、验证阶段

1、方法 1 重量法

分别进行了烧结温度的确定、保温时间的确定、氟干扰实验、混合干扰试验等条件试验，并进行样品分析准确度实验。

1.1 烧结温度的确定

以试验样 1#、试验样 3#为试样，分别对烧结温度 700 °C、750 °C、780 °C、800 °C进行考查，其他按试验步骤进行测定，试验结果见表 1。

表 1 烧结温度试验

序号编号	700°C		750°C		780°C		800°C	
试验样 1#	3.86	3.84	3.87	3.88	3.91	3.93	3.89	3.92
试验样 3#	36.94	36.79	37.11	37.20	37.25	37.29	37.28	37.27

从表 1 数据可知，烧结温度 780 °C ~ 800 °C，测定结果基本一致，因此本试验选择烧结温度为 780 °C ~ 800 °C。

1.2 保温时间的确定

以试验样 1#、试验样 3#为试样，分别对保温时间 0.5 h、1 h、1.5 h、2 h 进行考查，其他按试验步骤进行测定，试验结果见表 2。

表 2 保温时间试验

序号编号	0.5h	1h	1.5h	2h
试验样 1#	3.64	3.85	3.89	3.91
试验样 3#	36.90	37.35	37.35	37.38

从表 2 数据可知，保温时间 1 h ~ 2 h，测定结果基本一致，因此本试验选择保温时间为 1.5 h。

1.3 干扰试验

铜精矿和铜渣精矿中主要共存元素有铜、铁、硅、铅、锌、钙、镁、铝、及少量氟、氯、砷、铋、镉、镍、锑等元素，其中，各元素大概含量上限如表 3 所示。根据文献资料表明，硅、铅、氟等元素进行入溶液中可与硫酸铅共同沉淀，使结果偏高。硅和铅在半熔过程中会生成沉淀而被过滤分离。

表 3 元素含量上限 (%)

元素	Cu	Fe	Si	Pb	Zn	Mg	Ca
含量上限	50	40	40	13	13	6	6
元素	Al	Cl	As	Sb	F	Cd	Ni
含量上限	5	4.5	2	1	0.5	0.1	0.1
元素	Bi	Co					
含量上限	0.1	0.1					

1.3.1 氟干扰试验

铜精矿中氟含量范围大概在 0.05%~0.50%，以试验样 1#和试验样 3#为试样，加入一定量的 NaF 与试样混匀，其他按试验步骤进行测定，其试验结果见表 4。

表 4 氟的干扰试验

序号	氟加入量 (mg)	试验样 1# (1.0g)		试验样 3# (0.1g)	
1	0	3.87	3.86	37.42	37.29

2	1	3.88	3.89	37.38	37.45
3	2	3.96	3.90	37.32	37.23
4	5	3.92	3.93	37.28	37.33
5	7	3.85	3.87	37.26	37.30
6	10	3.92	3.93	37.33	37.28

从表4数据可知，当加入以上含量干扰元素时，对铜精矿中硫含量检测结果无明显影响，由于氟的加入量已超过样品中氟含量范围，因此氟对硫的测定无干扰。

1.3.2 混合干扰试验

根据表4中铜精矿样品中各金属及非金属含量范围，按表5配制混合干扰物。

表 5 混合干扰物的配制

干扰物元素	杂质最高含量 (%)	加入倍数	按 0.1g 试样量计算干扰物加入量 (mg)	加入物质形式
Cu	50	1.5	75	铜粉
Fe	40	1.5	60	铁粉
Si	40	1.5	128.5	二氧化硅
Pb	13	1.5	21	氧化铅
Zn	13	1.5	24.5	氧化锌
Mg	6	1.5	15	氧化镁
Ca	6	1.5	12.5	氧化钙
Al	5	1.5	14	氧化铝
Cl	4.5	1.5	12	氯化钠
As	2	1.5	4	三氧化二砷
Sb	1	1.5	1.5	锑粉

以试验样1、试验样3#为试样，加入表5混合干扰物与试样混匀，其他按试验步骤进行测定，其试验结果见表6。

表 6 混合干扰试验

序号	是否加入混合干扰物	试验样 1# (1g)	试验样 3# (0.1g)
1	否	3.88	37.28
2	是	3.89	37.26

从表6数据可知，在本试验条件下，样品中上述含量干扰元素对硫的测定无影响。

1.4 加标回收试验

准确称取铜渣精矿1#、铜精矿2#样品0.2000 g，加入一定量硫酸钾进行加标回收试验，测定结果见表7。

表 7 加标回收试验

序号	样品编号	称样量 /g	硫含量 /mg	硫酸钾加入量 /mg	硫酸钾中硫含量 /mg	硫测定值		回收率 /%
						%	mg	
1	铜渣精矿 1#	0.2000	7.78	42.1	7.74	7.71	15.42	98.71
2				43.7	8.04	7.97	15.94	101.54
3				84.1	15.47	11.61	23.22	99.61

4				84.6	15.56	11.66	23.32	99.74
5				56.5	10.39	10.30	20.6	97.80
6	铜精矿	0.2000	10.44	56.7	10.43	10.34	20.68	98.18
7	2#			113.5	20.88	15.58	31.16	98.47
8				114.0	20.97	15.74	31.48	100.67

从表7数据可知，本试验加标回收率在97.80%-101.54%，准确度较好。

2、方法2 燃烧-滴定法

分别就标定物质选择、燃烧温度的确定、氟干扰试验、氯干扰试验、混合干扰试验进行了条件试验，并对样品进行分析准确度实验。

2.1 标定物质的选择

为考查硫酸铅和邻苯二甲酸氢钾基准物质作为标定物质，对铜精矿中硫含量量测定的适用性。以硫酸铅（本试验方法标定氢氧化钠浓度）和邻苯二甲酸氢钾（按GB/T 601标定方式标定氢氧化钠浓度）基准物质作为标定物质，测定铜精矿标准物质(ZBK338)、试验样2#和试验样3#，其他按试验步骤进行四平行测定，试验结果见表8。

表 8 标定物质适用性考查试验

样品名称	样品编号	硫酸铅标定测定结果 (%)				邻苯二甲酸氢钾标定测试结果 (%)			
		铜精矿 (标样)	ZBK338	22.87	22.94	22.83	22.99	21.42	21.49
试验样 2#	/	7.27	7.29	7.28	7.26	6.81	6.83	6.82	6.80
试验样 3#	/	37.26	37.34	37.20	37.29	34.90	34.98	34.84	34.93

从表2数据可知，以邻苯二甲酸氢钾基准物质为标定物质，测定铜精矿标准物质(ZBK338: 22.87%)，其硫测定结果与标准值相比明显偏低；以硫酸铅基准物质为标定物质，其硫测定结果与标准值基本一致，以硫酸铅作为标定物质适用性强。本试验选择硫酸铅基准物质作为标定物质。

3.2 燃烧温度的确定

以试验样2#和试验样3#为试样，分别对燃烧温度1150℃、1200℃、1250℃、1300℃进行考查，其他按试验步骤进行测定，试验结果见表9。

表 9 燃烧温度试验

序号编号	1150℃		1200℃		1250℃		1300℃	
	试验样 2#	7.07	7.13	7.30	7.24	7.26	7.26	7.25
试验样 3#	37.01	36.99	37.22	37.29	37.34	37.29	37.34	37.31

从表9数据可知，燃烧温度1200℃~1300℃时样品测定结果基本一致，考虑瓷管的耐高温特性和使用寿命，本试验选择燃烧温度为1250℃。

3.3 干扰试验

铜精矿和铜渣精矿中主要共存元素有铜、铁、硅、铅、锌、钙、镁、铝、及少量氟、氯、砷、铋、镉、镍、锑等元素，其中，各元素大概含量上限如表10所示。可能存在干扰的元素包括氯、氟等在燃烧中能够挥发影响反应的元素。

表 10 元素含量上限 (%)

元素	Cu	Fe	Si	Pb	Zn	Mg	Ca
含量上限	50	40	40	13	13	6	6
元素	Al	Cl	As	Sb	F	Cd	Ni
含量上限	5	4.5	2	1	0.5	0.1	0.1
元素	Bi	Co					
含量上限	0.1	0.1					

3.3.1 氟干扰试验

铜精矿中氟含量范围大概在0.05~0.50%，以硫酸铅、试验样2#和试验样3#为试样，加入一定量的NaF与试样混匀，其他按试验步骤进行测定，其试验结果见表11。

表 11 氟的干扰试验

序号	氟加入量 (mg)	硫酸铅 (0.2g)		试验样 2# (0.2g)		试验样 3# (0.1g)	
1	0	10.54	10.55	7.26	7.25	37.21	37.24
2	0.5	10.58	10.55	7.19	7.13	37.19	37.24
3	1	10.60	10.57	7.23	7.22	37.29	37.25
4	2	10.94	10.82	7.60	7.84	37.96	38.33
5	3	10.92	10.99	7.88	7.71	37.99	37.92

从表11数据可知，试样中氟含量大于1mg时干扰硫的测定。此方法不适合氟含量大于1mg的样品，当氟含量大于1mg时可用重量法测定铜精矿中硫含量。

3.3.2 氯干扰试验

铜精矿中氯含量范围大概在0.05~4.50%，以硫酸铅、试验样2#和试验样3#为试样，加入一定量的NaCl与试样混匀，其他按试验步骤进行测定，其试验结果见表12。

表 12 氯的干扰试验

序号	氯加入量 (mg)	硫酸铅 (0.2g)		试验样 2# (0.2g)		试验样 3# (0.1g)	
1	0	10.51	10.56	7.21	7.18	37.24	37.30
2	2	10.48	10.56	7.28	7.21	37.18	37.26
3	5	10.60	10.47	7.31	7.22	37.25	37.35
4	7	10.57	10.53	7.25	7.20	37.31	37.20
5	14	10.59	10.49	7.16	7.29	/	/

从表12数据可知，当加入以上含量干扰元素时，结果无明显影响，氯对铜精矿中的硫含量测定无干扰。

3.3.3 混合干扰试验

根据表10中铜精矿样品中各金属及非金属含量范围，按表713制混合干扰物。

表 13 混合干扰物的配制

干扰物元素	杂质最高含量	加入倍数	按 0.2g 试样量计	加入物质形式
-------	--------	------	-------------	--------

	(%)		算干扰物加入量 (mg)	
Cu	50	1.5	150	铜粉
Fe	40	1.5	120	铁粉
Si	40	1.5	257	二氧化硅
Pb	13	1.5	42	氧化铅
Zn	13	1.5	49	氧化锌
Mg	6	1.5	30	氧化镁
Ca	6	1.5	25	氧化钙
Al	5	1.5	28	氧化铝
As	2	1.5	8	三氧化二砷
Sb	1	1.5	3	锑粉

以硫酸铅、试验样2#、试验样3#为试样，加入表13混合干扰物与试样混匀，其他按试验步骤进行测定，其试验结果见表14

表 14 混合干扰试验

序号	是否加入混合干扰物	硫酸铅 (0.2g)	试验样 2# (0.2g)	试验样 3# (0.1g)
1	否	10.60	7.15	37.11
2	是	10.56	7.18	37.22

从表14数据可知，在本试验条件下，样品中上述含量干扰元素对硫的测定无影响。

3.4 加标回收试验

准确称取铜渣精矿 3#、铜精矿 4#样品 0.20g、0.10 g（精确至 0.0001 g），加入一定量硫酸铅进行加标回收试验，测定结果见表 15。

表 15 加标回收试验

序号	样品编号	称样量 /g	硫含量 /mg	硫酸铅加入量 /mg	硫酸铅中硫含量 /mg	硫测定值		回收率 /%
						%	mg	
1	铜渣精矿 3#	0.2010	14.45	95.2	10.06	12.16	24.44	99.52
2		0.1966	14.13	95.6	10.10	12.18	23.95	98.02
3		0.1984	14.26	190.7	20.16	17.56	34.84	102.95
4		0.2008	14.44	190.3	20.11	17.20	34.54	99.93
5	铜精矿 4#	0.1007	23.95	95.8	10.13	33.78	34.02	99.75
6		0.0996	23.68	96.5	10.20	33.64	33.51	98.44
7		0.1007	23.95	191.5	20.24	43.36	43.66	97.79
8		0.1009	23.99	190.3	20.11	43.30	43.69	98.29

从表 15 数据可知，本试验加标回收率在 96.37%-102.08%，准确度较好。

（二）重现性及再现性

由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、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、山东中金岭南铜业有限责任公司、北矿检测技术股份有限公司、江西铜业股份有限公司、长沙矿冶院检测技术有限公司、葫芦岛锌业股份有限公司、金川集团股份有限公司、中国检验认证集团广东有限公

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/107126002055010002>