

# 混合铅锌精矿化学分析方法

## 第8部分：铜含量的测定

### 火焰原子吸收光谱法和碘量法

编制说明

（预审稿）

## 一、工作简况

### 1.1 任务来源

2023年6月26日，全国有色金属标准化技术委员会在辽宁省沈阳市召开行业标准任务落实会议，会后发布了有色标秘[2023]61号文——“关于印发《混合铅锌精矿化学分析方法 第8部分：铜含量的测定火焰原子吸收光谱法和碘量法》等5项行业标准任务落实会议纪要的通知”。通知明确，《混合铅锌精矿化学分析方法 第8部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法和碘量法》由深圳市中金岭南有色金属股份有限公司凡口铅锌矿负责主起草，北矿检测技术股份有限公司、铜陵有色金属集团控股有限公司等9家单位负责一验工作，山西北方铜业有限公司、江西铜业铅锌金属有限公司等10家单位负责二验工作，凡口铅锌矿提供标准样品。项目计划编号：工信厅科函[2023]18号2023-0409T-YS，计划完成时间2024年。项目归口单位为全国有色金属标准化技术委员会。

### 1.2 主要参加单位和工作成员及其所作的工作

#### 1.2.1 主要参加单位情况

深圳市中金岭南有色金属股份有限公司是以铅、锌、铜等有色金属生产为主业国际化经营的上市公司。公司成立于1984年9月，1997年1月在深圳证券交易所挂牌上市（股票代码：000060），注册资本35.7亿元，现已发展成为中国铅锌行业龙头企业、世界铅锌矿业旗舰企业之一。公司集有色金属采、选、冶、加工、新材料、贸易、金融、工程技术、环保为一体多行业综合经营，原为中央所属企业，曾先后隶属于中国有色金属工业总公司和国家有色金属工业局，现为广东省属企业。公司拥有国家级技术中心，设立了“博士后科研工作站”、“院士工作站”。公司为国家高新技术企业，拥有享受国务院特殊津贴的专家共18人。多年来，公司共获得省部级以上科技奖励140余项，其中国家级奖励14项：包含科技进步一等奖2项、二等奖8项、三等奖3项，技术发明二等奖1项。目前持有自行研发专利近300项，其中发明专利76项。拥有世界先进、国内首创的大规模锌氧压浸出生产线，对我国铅锌冶炼生产工艺的改造和技术提升具有示范性的推动作用。

公司直属企业凡口铅锌矿1958年建矿，1968年正式投产，具有日处理铅锌矿石5500吨、年产18万吨铅锌金属量的生产能力，是目前亚洲最大的铅锌银矿生产基地之一，是集采、选于一体的综合性企业。矿山资源丰富，品位高，储量大，其铅锌银属超大型矿床，镓、锗构成大型矿床。矿山主产品为铅锌矿石、单一铅精矿、单一锌精矿、混合铅锌精矿，副产品为高铁硫精矿、硫精矿。凡口铅锌矿采选工艺和装备处于国内先进水平，其采矿采用的大直径深孔采矿法、盘区机械化中深孔采矿法、全尾砂充填、泡沫砂浆充填等工艺技术处于国内外先进水平，选矿采用的高碱快速浮选电位调控优化工艺和新四产品选矿工艺具有世界先进水平。2013年公司主导修订了有色金属行业标准YS/T461.8—2013《混合铅锌精矿化学分析方法 第8部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法和碘量法》，现在完全具备负责修订该标准的水平和能力。

#### 1.2.2 主要工作成员所负责的工作情况

本标准起草单位包括：深圳市中金岭南有色金属股份有限公司凡口铅锌矿、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、云南驰宏锌锗股份有限公司、铜陵有色金属集团控股有限公司、福建紫金矿冶测试技术有限公司厦门分公司、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、葫芦岛有色金属股份有限公司、株洲冶炼集团股份有限公司、湖南有色金属研究院有限责任公司、山西北方铜业有限公司、江西铜业铅锌金属有限公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、中国检验认证集团广东黄埔有限公司、湖南省遥感地质调查监测所、云铜锌业股份有限公司、中国检验认证集团广西有限公司、湖南水口山有色金属有限责任公司、广西国华计量检测有限公司河池分公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司。

本标准负责起草单位——深圳市中金岭南有色金属股份有限公司凡口铅锌矿，在标准编制过程中积极收集相关的国内外标准和文献，根据日常积累的经验 and 实际试验，确立了试验方案，编制了试验报告和标准文本，并发给参与标准一验、二验单位进行验证。

云南驰宏锌锗股份有限公司、铜陵有色金属集团控股有限公司、福建紫金矿冶测试技术有限公司厦门分公司、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、葫芦岛有色金属股份有限公司、株洲冶炼集团股份有限公司、湖南有色金属研究院有限责任公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司等9家单位对试验报告中的条件实验进行了验证，提供了精密度数据，提出了修改意见。

山西北方铜业有限公司、江西铜业铅锌金属有限公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、中国检验认证集团广东黄埔有限公司、湖南省遥感地质调查监测所、云铜锌业股份有限公司、中国检验认证集团广西有限公司、湖南水口山有色金属有限责任公司、广西国华计量检测有限公司河池分公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司等10家提供了精密度数据，并对标准文稿等提出了修改意见。

本标准主要起草人及工作职责见表1。

表1 本标准主要起草人及工作职责

序号	单位名称	人员	分工
1	深圳市中金岭南有色金属股份有限公司凡口铅锌矿	李日平、罗付兴、吴瑞祥、梁俊生、谢慧媛	负责调研、协调及全过程标准研制、起草、试验、编制工作
2	深圳市中金岭南有色金属股份有限公司	刘晓明、左弘毅	参与标准起草、资料收集、条件试验验证，提供精密度数据
3	北矿检测技术股份有限公司	韩聪美、刘敬远、刘振阳、王慧敏	参与标准起草、资料收集、条件试验验证，提供精密度数据
4	铜陵有色金属集团控股有限公司		参与标准起草、资料收集、条件试验验证，提供精密度数据
5	福建紫金矿冶测试技术有限公司厦门分公司	赖秋祥、邱清良、钟康祥	参与标准起草、资料收集、条件试验验证，提供精密度数据
6	大冶有色设计研究院有限公司	冯加豪、张竹柳	参与标准起草、资料收集、条件试验验证，提供精密度数据
7	云南驰宏锌锗股份有限公司	陈吉祥、腰木拉、朱玉平	参与标准起草、资料收集、条件试验验证，提供精密度数据
8	葫芦岛有色金属股份有限公司	李佳洋、杨佳琦	参与标准起草、资料收集、条件试验验证，提供精密度数据
9	株洲冶炼集团股份有限公司	朱博伟、路蹀、于亮	参与标准起草、资料收集、条件试验验证，提供精密度数据
10	湖南有色金属研究院有限责任公司	左花、左丹	参与标准起草、资料收集、条件试验验证，提供精密度数据
11	山西北方铜业有限公司	张燕、黄树婷	参与标准起草、资料收集，提供精密度数据
12	江西铜业铅锌金属有限公司	唐华全、王慰	参与标准起草、资料收集，提供精密度数据
13	山东恒邦冶炼股份有限公司	王姗、李文涛	参与标准起草、资料收集，提供精密度数据
14	中国检验认证集团广东黄埔有限公司	邱敏敏、武玉艳	参与标准起草、资料收集，提供精密度数据
15	湖南省遥感地质调查监测所	肖立青、王茁	参与标准起草、资料收集，提供精密度数据
16	云铜锌业股份有限公司	杨舜森、沈媛媛	参与标准起草、资料收集，提供精密度数据
17	中国检验认证集团广西有限公司	谭红娟、张一炎、陈文生	参与标准起草、资料收集，提供精密度数据
18	湖南水口山有色金属有限责任公司	李明珠、廖子慧、朱露	参与标准起草、资料收集，提供精密度数据
19	广西国华计量检测有限公司河池分公司	冯忠文、韦永保	参与标准起草、资料收集，提供精密度数据
20	中国有色桂林矿产地质研究院有限公司	王蒋亮、唐莉福	参与标准起草、资料收集，提供精密度数据

### 1.3 主要工作过程

#### 1.3.1 调研与起草阶段

(1)根据工业和信息化部标准计划项目(工信厅科函[2023]18号 2023-0409T-YS)的安排要求,2023年6月26日,全国有色金属标准化技术委员会在辽宁省沈阳市召开了《混合铅锌精矿化学分析方法第8部分:铜含量的测定 火焰原子吸收光谱法和碘量法》等5项行业标准任务落实会议,会上确定了标准负责起草单位、验证单位及工作进度安排。深圳市中金岭南有色金属股份有限公司承担《混合铅锌精矿化学分析方法第8部分:铜量的测定 火焰原子吸收光谱法和碘量法》起草任务,北矿检测技术股份有限公司、铜陵有色金属集团控股有限公司等18家单位协助起草。

(2)2023年6月,深圳市中金岭南有色金属股份有限公司凡口铅锌矿在接到标准制订任务后,立即成立了标准编制工作组,召开标准编制工作会议,确定标准制订方案和研制计划,明确任务分工,制定工作进度计划。

(3)2023年7月,标准起草小组对拟制定分析方法开展了多方调研、资料收集,对比研究了铅精矿、锌精矿、铜精矿、铋精矿铜标准分析方法与混合铅锌精矿分析方法的异同点。在国内标准分析方法中,铅精矿、锌精矿、混合铅锌精矿用的是火焰原子吸收光谱法,铋精矿用的是火焰原子吸收光谱法和碘量法,铜精矿用的是长碘量法(先用硫代硫酸钠沉淀分离铁和铜,再用碘量法滴定铜)和短碘量法(不经沉淀分离,直接用氟化氢铵掩蔽铁,铜碘量法滴定铜)。YS/T 461.8—2013混合铅锌精矿现行标准方法的测定范围为0.1-5%,不能满足现实需要。在充分调研和讨论的基础上,标准起草小组确定了标准研制方案,制定了工作进度计划。随后开始收集混合铅锌精矿样品,按方法1和方法2的测定范围,完成了HJ-1~HJ-5和HJ-6~HJ-10各5个水平10个试验样品的配制及均匀性测试。

(4)2023年7月~2023年11月,开展方法试验工作,先后完成了样品溶解方法试验、条件选择试验、共存元素干扰试验、加标回收试验和精密度试验等研究,形成了标准文本、试验报告和编制说明的讨论稿。2023年11月底,将完成的试验报告及验证样品发至各验证单位,各单位开始验证工作。

(5)2024年4月,起草单位陆续收到各验证单位的试验报告及反馈意见,根据验证单位的反馈不断优化试验,并确定最终试验报告和标准预审稿。按照《GB/T 6379.2-2004 确定标准测量方法重复性和再现性的基本方法》规定,对试验数据进行了数理统计分析,计算精密度,形成了本标准编制说明的征求意见稿。

### 1.3.2 征求意见阶段

通过发函、会议、中国有色金属标准质量信息网公示等方式,对《混合铅锌精矿化学分析方法第8部分:铜量的测定 火焰原子吸收光谱法和碘量法》准征求意见稿进行意见征询。

(1)2024年5月21日~23日,根据有色标委[2024]43号文件,由全国有色金属标准化技术委员会组织,在江苏无锡召开关于《高性能铜镍锡合金带箔材》等67项有色金属标准工作会议,其中对《混合铅锌精矿化学分析方法第8部分:铜量的测定 火焰原子吸收光谱法和碘量法》进行了预审。

(2)发函征求意见阶段

## 二、标准编制原则

### 2.1 符合性

本标准严格按照GB/T1.1-2020《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/T20001.4-2015《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/T6379.2-2004《测量方法与结果的准确度》的规定进行数理统计分析。

### 2.2 适用性

本标准根据国内铅锌行业的实际情况,综合考虑生产、贸易各方需求,确定测定方法及测定范围。采用操作简便、精密度高、准确度高、在行业内应用普及的分析方法,能很好的满足行业对混合铅锌精矿中铜含量的测定要求,提高了本标准的可操作性和适用性。

### 2.3 先进性

本标准的技术水平不低于当前国内先进水平。

### 三、文件主要内容的确定依据及主要试验和验证情况分析

#### 3.1 样品溶解方法的确定

##### 3.1.1 样品溶解试验（方法1）

在YS/T 461.8-2013《混合铅锌精矿化学分析方法 铜量的测定 火焰原子吸收光谱法》中，试料用盐酸、硝酸分解，未考虑样品中硅、碳含量高时对铜的测定的影响。实际调研发现，混合铅锌精矿中硅含量最高可达10%，碳含量也较高，只用王水溶解试样效果不佳。因此，试验选择用0.5g~1g氟化氢铵、15mL盐酸、5mL硝酸和3mL高氯酸溶解试样。试验方案及现象见表2：

表 1 溶样方法试验结果（方法1）

样品编号	氟化氢铵/g	盐酸/mL	硝酸/mL	高氯酸/mL	测定结果/%	试验现象
HJ-1	/	15	5	/	0.178	有较多黑碳漂浮物、少量残渣
HJ-1	0.5	15	5	1	0.182	溶液清亮
HJ-1	1	15	5	3	0.189	溶液清亮
HJ-1	2	15	5	5	0.190	溶液清亮、少量片状结晶物
HJ-2	/	15	5	/	0.929	有少量黑碳漂浮物及残渣
HJ-2	0.5	15	5	1	0.916	溶液清亮
HJ-2	1	15	5	3	0.936	溶液清亮
HJ-2	2	15	5	5	0.937	溶液清亮、少量片状结晶物
HJ-3	/	15	5	/	1.78	有较多黑碳漂浮物、少量残渣
HJ-3	0.5	15	5	1	1.73	溶液清亮
HJ-3	1	15	5	3	1.80	溶液清亮
HJ-3	2	15	5	5	1.72	溶液清亮、少量片状结晶物
HJ-4	/	15	5	/	3.27	有少量黑碳漂浮物及残渣
HJ-4	0.5	15	5	1	3.32	溶液清亮
HJ-4	1	15	5	3	3.38	溶液清亮
HJ-4	2	15	5	5	3.38	溶液清亮、少量片状结晶物
HJ-5	/	15	5	/	5.09	有少量黑碳漂浮物及残渣
HJ-5	0.5	15	5	1	5.08	溶液清亮
HJ-5	1	15	5	3	5.10	溶液清亮
HJ-5	2	15	5	5	5.12	溶液清亮、少量片状结晶物

试验结论：采用盐酸-硝酸溶解样品，溶液有较多黑碳漂浮物及少量残渣；采用氟化氢铵-盐酸-硝酸-高氯酸溶解样品，溶样清亮，样品溶解完全。加入3 mL~5 mL高氯酸除碳效果已经很好，加2 g氟化氢铵时，试液会出现少量片状结晶物。因此，试验选择用0.5 g~1 g氟化氢铵、15 mL盐酸、5 mL硝酸和3 mL高氯酸溶解样品。

##### 3.1.2 样品溶解试验（方法2）

在pH>4时，砷（III）、锑（III）可将碘还原而使结果偏低。溶样时，加入少量溴水，将砷（III）、锑（III）氧化为砷（V）、锑（V），在pH值3.0~4.0下，砷（V）、锑（V）不干扰铜的测定。

因为混合铅锌精矿试样含碳较高，除碳效果对滴定终点判断影响较大。方法1样品溶解试验已经表明，试样用0.5 g~1 g氟化氢铵、15 mL盐酸、5 mL硝酸和3 mL高氯酸溶解充分，除碳效果理想。

因此，方法2溶样试验主要考察盐酸-硝酸、盐酸-硝酸-高氯酸、盐酸-硝酸-硫酸、盐酸-硝酸-高氯酸-硫酸4种溶样条件下的除碳效果。试验方案及现象见表3：

表 3 样品溶解试验结果（方法2）

样品编号	氟化氢铵 /g	溴水 /mL	盐酸 /mL	硝酸 /mL	高氯酸 /mL	硫酸(1+3) /mL	测定结果 /%	除碳效果	冒烟过程	溶解情况
HJ-6	0.5	2	15	5	/	/	5.01	有较多黑色漂浮物	/	溶解完全，有少量不溶性盐类
HJ-7	0.5	2	15	5	/	/	7.64			
HJ-8	0.5	2	15	5	/	/	10.25			
HJ-9	0.5	2	15	5	/	/	12.68			
HJ-10	0.5	2	15	5	/	/	15.04			
HJ-6	0.5	2	15	5	3	/	5.01	溶液清亮	基本无飞溅	溶解完全，有少量不溶性盐类
HJ-7	0.5	2	15	5	3	/	7.54			
HJ-8	0.5	2	15	5	3	/	10.07			
HJ-9	0.5	2	15	5	3	/	12.53			
HJ-10	0.5	2	15	5	3	/	14.89			
HJ-6	0.5	2	15	5	/	4	5.05	有少量黑色漂浮物	剧烈飞溅	溶解完全，有较多不溶性盐类
HJ-7	0.5	2	15	5	/	4	7.48			
HJ-8	0.5	2	15	5	/	4	10.17			
HJ-9	0.5	2	15	5	/	4	12.64			
HJ-10	0.5	2	15	5	/	4	14.91			
HJ-6	0.5	2	15	5	3	4	5.02	溶液清亮	剧烈飞溅	溶解完全，有较多不溶性盐类
HJ-7	0.5	2	15	5	3	4	7.50			
HJ-8	0.5	2	15	5	3	4	10.05			
HJ-9	0.5	2	15	5	3	4	12.50			
HJ-10	0.5	2	15	5	3	4	14.89			

试验结论：1) 采用盐酸-硝酸溶解样品，溶液有较多黑碳漂浮物及少量不溶性盐类，黑色漂浮物对滴定终点的判断有较大影响；2) 采用盐酸-硝酸-硫酸或者盐酸-硝酸-高氯酸-硫酸溶解样品，生成大量硫酸铅沉淀，冒烟过程中溶液容易飞溅，对测定结果准确度有一定的影响；3) 采用盐酸-硝酸-高氯酸溶解样品，除碳效果佳，溶样清亮，冒烟过程基本没有飞溅；4) 采用高氯酸冒烟测定结果与采用高氯酸-硫酸冒烟测定结果一致。因此，试验选择用0.5 g~1 g氟化氢铵、1 mL~2 mL溴水、15 mL盐酸、5 mL硝酸、3 mL高氯酸溶解样品。

### 3.2 条件选择试验

按标准任务落实会要求，方法1只在YS/T 461.8-2013基础上进行溶样方法试验和精密度试验。以下主要是方法2滴定条件试验。

按样品中共存元素的最大含量（Pb 75 mg、Zn 125 mg、Fe 62.5 mg、Ag 0.75 mg、Mg 2.5 mg、Ca 25 mg、Al 2.5 mg、Ni 12.5 mg、As 3.75 mg、Bi 1.25 mg、Sb 3 mg、Cd 3.75 mg、SiO<sub>2</sub> 37.5 mg）配制基体溶液，按15%的铜含量加入铜，选择各项滴定条件。

#### 3.2.1 乙酸铵加入量的选择

碘量法反应的适宜酸度为pH=3.5~4。酸度过大，碘化物易被空气氧化而析出碘，同时也会增加碘化亚铜的溶解度；酸度过小，则反应速度很慢，影响滴定。调节试液pH值时，滴加乙酸铵（300g/L）中和至碱性乙酸铁红色出现，然后过量不同体积的乙酸铵溶液，按试验方法进行试验，试验结果见表4。

表 4 乙酸铵加入量试验结果

乙酸铵加入量/mL	Cu加入量/mg	Cu测得量/mg	回收率/%
1	39.3	38.7	98.5
2	37.6	36.9	98.1
3	36.5	36.2	99.2
4	38.1	37.8	99.2
5	39.0	38.8	99.5

试验结论：加入3mL~5mL乙酸铵，铜的回收率均在99%以上。为保证缓冲溶液的缓冲容量，试验选择加入4mL乙酸铵。

### 3.2.2 氟化氢铵加入量的选择

按试料0.25g计算，试液中铜量可达62.5 mg。Fe(III)离子可氧化碘离子，使碘化钾析出游离的碘而干扰测定。

根据相关资料，1g氟化氢铵可以掩蔽200mgFe<sup>3+</sup>，2g氟化氢铵可以掩蔽300mgFe<sup>3+</sup>。加入氟化氢铵既能起到掩蔽Fe(III)离子的作用，又与乙酸-乙酸铵溶液共同形成pH缓冲溶液体系（HAc的pKa=4.76，HF的pKa=3.18）。试验结果见表5。

表5 氟化氢铵加入量试验结果

氟化氢铵加入量/mL	Cu加入量/mg	Cu测得量/mg	回收率/%
2	39.2	38.8	99.0
4	37.7	37.6	99.7
6	37.0	36.9	99.7
8	38.4	38.3	99.7

试验结论：加入2 mL~8 mL氟化氢铵（250 g/L），铜的回收率均在99%以上，试验选择加入4 mL氟化氢铵。

### 3.2.3 碘化钾加入量的选择

加入不同量的碘化钾，按试验方法进行试验。试验结果见表6。

表6 碘化钾加入量试验结果

碘化钾加入量/g	Cu加入量/mg	Cu测得量/mg	回收率/%
0.5	38.3	38.1	99.5
1	37.9	37.8	99.7
2	39.3	39.2	99.7
3	37.0	37.0	100

试验结论：加入0.5 g~3 g碘化钾，铜的回收率均在99.5%以上，试验选择加入1 g~2 g碘化钾。

### 3.2.4 硫氰酸钾加入量的选择

碘量法反应生成的碘化亚铜沉淀会吸附析出的游离碘，使测定结果偏低。当铜含量较高时，在接近滴定终点时加入适量的硫氰酸钾，可使碘化亚铜转变为溶解度更小的硫氰酸亚铜沉淀，从而消除碘化亚铜对碘的吸附。试验结果见表7。

表7 硫氰酸钾加入量试验结果

硫氰酸钾加入量/mL	Cu加入量/mg	Cu测得量/mg	回收率/%
1	39.1	39.0	99.7
2	37.7	37.6	99.7
3	38.9	38.9	100

4	38.4	38.3	99.7
---	------	------	------

试验结论：加入1 mL~4 mL硫氰酸钾溶液（400 g/L），铜的回收率均在99.7%以上。试验选择加入2 mL硫氰酸钾溶液（3.13）。

### 3.3 共存元素的影响

#### 3.3.1 单元素的影响

按方法2测定范围下限5%和上限15%加入铜量，共存元素按最大含量加入，按照方法2分析步骤测定铜的回收率，考察各共存元素对铜的测定的影响。试验结果见表8。

表8 单元素干扰试验结果

共存元素	共存元素加入量 /mg	Cu加入量 /mg	Cu测得量 /mg	回收率/%	滴定终点
Pb	75.0	12.5	12.56	100.5	由蓝色变成黄色
	75.0	36.1	35.96	99.6	
Zn	125.0	12.5	12.59	100.7	由蓝色变成白色
	125.0	38.0	37.77	99.4	
Fe	62.5	12.5	12.45	99.6	由蓝色变成白色
	62.5	37.4	37.50	100.3	
Ag	0.75	12.5	12.61	100.9	由蓝色变成白色
	0.75	37.4	37.47	100.2	
Mg	2.5	12.5	12.54	100.3	由蓝色变成白色
	2.5	37.1	37.10	100.0	
Ca（以 CaCO <sub>3</sub> 计）	63.0	12.5	12.42	99.4	由蓝色变成白色
	63.0	37.5	37.41	99.8	
Al	2.5	12.5	12.51	100.1	由蓝色变成白色
	2.5	38.0	38.16	100.4	
Ni	12.5	12.5	12.60	100.8	由蓝色变成白色
	12.5	38.0	37.92	99.8	
As	3.75	12.5	12.48	99.8	由蓝色变成白色
	3.75	37.9	37.73	99.6	
Bi	1.25	12.5	12.48	99.8	由蓝色变成黄色
	1.25	37.6	37.49	99.7	
Sb	3.0	12.5	12.57	100.6	由蓝色变成白色
	3.0	38.4	38.35	99.9	
Cd	3.75	12.5	12.61	100.9	由蓝色变成白色
	3.75	37.9	37.91	100.0	
SiO <sub>2</sub>	37.5	12.5	12.39	99.1	由蓝色变成白色
	37.5	37.4	37.21	99.5	

试验结论：1) 在Pb 75mg、Zn 125mg、Fe 62.5mg、Ag 0.75mg、Mg 2.5mg、Ca 25mg、Al 2.5mg、Ni 12.5mg、As 3.75mg、Bi 1.25mg、Sb 3mg、Cd 3.75mg、SiO<sub>2</sub> 37.5mg范围内，



单一的共存元素均不影响铜的测定；2) 大量的铅、铋与碘化钾生成黄色碘化物沉淀，对滴定终点的观察有影响；3) 加硫氰酸钾后激烈振荡5 s~10 s，可减轻黄色沉淀的影响。

### 3.3.2 混合元素的影响

按方法2测定范围下限5%和上限15%加入铜量，共存元素按最大含量加入，按照方法2分析步骤测定铜的回收率，考察混合元素对铜的测定的影响。试验结果见表9。

表9 共存元素干扰试验结果

共存元素加入量/mg	Cu加入量/mg	Cu测得量/mg	回收率/%
Pb 75、Zn 125、Fe 62.5、Ag 0.75、Mg 2.5、Ca 25、Al 2.5、Ni 12.5、As 3.75、Bi 1.25、Sb 3、Cd 3.75、SiO <sub>2</sub> 37.5	12.5	12.42	99.4
Pb 75、Zn 125、Fe 62.5、Ag 0.75、Mg 2.5、Ca 25、Al 2.5、Ni 12.5、As 3.75、Bi 1.25、Sb 3、Cd 3.75、SiO <sub>2</sub> 37.5	39.1	38.75	99.1

试验结论：在Pb 75mg、Zn 125mg、Fe 62.5mg、Ag 0.75mg、Mg 2.5mg、Ca 25mg、Al 2.5mg、Ni 12.5mg、As 3.75mg、Bi 1.25mg、Sb 3mg、Cd 3.75mg、SiO<sub>2</sub> 37.5mg范围内，样品中共存元素在试验范围内不影响铜的测定。

### 3.3.3 精密度试验

分别对HJ-1~HJ-10等10个样品独立进行11次测定，精密度试验结果见表10（其他参与起草单位的精密度数据见“十三、附件-试验数据处理及精密度计算”）。

表10 精密度试验结果(%)

i	HJ-1	HJ-2	HJ-3	HJ-4	HJ-5	HJ-6	HJ-7	HJ-8	HJ-9	HJ-10
1	0.190	0.917	1.817	3.368	5.059	5.02	7.50	10.10	12.54	14.89
2	0.187	0.929	1.810	3.400	5.055	5.00	7.58	10.11	12.59	14.89
3	0.190	0.924	1.816	3.372	5.074	5.01	7.55	10.11	12.58	14.82
4	0.188	0.929	1.806	3.372	5.049	5.02	7.58	10.16	12.50	14.83
5	0.187	0.924	1.817	3.372	5.104	5.01	7.57	10.15	12.58	14.95
6	0.189	0.919	1.794	3.364	5.114	5.01	7.55	10.15	12.62	14.87
7	0.186	0.926	1.824	3.367	5.100	5.00	7.58	10.11	12.62	14.9
8	0.188	0.925	1.797	3.338	5.061	5.02	7.58	10.13	12.55	14.94
9	0.186	0.914	1.809	3.343	5.065	5.01	7.54	10.11	12.56	14.89
10	0.188	0.932	1.816	3.357	5.087	5.00	7.52	10.06	12.49	14.79
11	0.186	0.930	1.828	3.377	5.085	5.02	7.50	10.12	12.48	14.77
平均值	0.188	0.924	1.812	3.366	5.078	5.011	7.550	10.119	12.555	14.867
SD	0.0015	0.0057	0.010	0.017	0.022	0.0083	0.0316	0.0281	0.0491	0.0582
RSD	0.79	0.62	0.57	0.50	0.43	0.17	0.42	0.28	0.39	0.39

试样结论：精密度的RSD在0.17%~0.79%之间，方法重复性好，精密度高。

### 3.3.4 加标回收试验

按样品中含铜量的0.5倍、1倍、1.5或2倍加入铜，分别对试样HJ-1、HJ-4、HJ-6和HJ-10进行加标回收试验，试验结果见表11。

表11 加标回收试验结果

样品编号	称样量/g	样品含铜量/mg	加标铜量/mg	测得铜量/mg	回收率/%
HJ-1	0.1000	187.7	100	290.0	102.3

HJ-1	0.1000	187.7	200	390.0	101.2
HJ-1	0.1000	187.7	300	513.0	108.4
HJ-4	0.1000	3400.0	1500	4995.3	106.4
HJ-4	0.1000	3400.0	3000	6528.1	104.3
HJ-4	0.1000	3400.0	5000	8712.8	106.3
HJ-6	0.2500	12.53	6.25	18.91	102.1
HJ-6	0.2500	12.53	12.5	25.17	101.1
HJ-6	0.2500	12.53	25.0	37.47	99.8
HJ-10	0.2500	37.22	18.75	55.98	100.1
HJ-10	0.2500	37.22	37.5	74.81	100.2
HJ-10	0.2500	37.22	75.0	112.24	100.0

试样结论：加标回收率在99.8%~108.4%之间，测定结果准确。

### 3.5 精密度计算

根据《GB/T 6379.2-2004 确定标准测量方法重复性和再现性的基本方法》规定，对 20 家起草单位提供的精密度试验数据进行了数理统计分析，详情见本文件“十三、附件-试验数据处理及精密度计算”。重复性限和再现性限计算结果分别见表 12~表 15。

#### 3.5.1 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 2 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 2 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 12 方法 1 重复性限（ $r$ ）

$\omega_{Cu}/\%$	0.18	0.90	1.79	3.29	5.05
$r/\%$	0.01	0.02	0.05	0.07	0.10

表 13 方法 2 重复性限（ $r$ ）

$\omega_{Cu}/\%$	5.01	7.54	10.11	12.55	14.85
$r/\%$	0.05	0.07	0.08	0.11	0.13

#### 3.5.2 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 3 给出的平均值范围内，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 3 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 14 方法 1 再现性限（ $R$ ）

$\omega_{Cu}/\%$	0.18	0.90	1.79	3.29	5.05
$R/\%$	0.01	0.05	0.09	0.12	0.13

表 15 方法 2 再现性限（ $R$ ）

$\omega_{Cu}/\%$	5.01	7.54	10.11	12.55	14.85
$R/\%$	0.07	0.09	0.11	0.13	0.14

## 四、标准中涉及专利的情况

本标准不涉及专利问题。

## 五、预期达到的社会效益等情况

## 5.1 项目的必要性简述

铜是电气、机械、国防工业的重要原料,我国是铜消费大国,在原生矿产资源日趋枯竭的今天,提高冶炼工艺水平,从各种原料中最大化提取铜等有价金属,有很高的经济效益和社会价值。

以前由于受冶炼工艺水平限制,混合铅锌精矿中的铜被当作杂质元素进行限量控制,在2002年首次制定YS/T 452混合铅锌精矿产品技术标准时,铜作为杂质元素要求其含量不大于2.5%。随着铅锌精矿资源进口的增加和国内资源的复杂化,混合铅锌精矿化学成分和含量不断发生变化。2013年修订YS/T 452标准时,删除了对铜的限量要求。现在,混合铅锌精矿中高于3%的铜被当作有价元素进行计价。近年来,部分混合铅锌精矿铜含量高达8%~9%,是品位相当可观的铜资源之一。随着冶炼技术的不断进步,铜等有价金属的综合回收能力大幅提高,低含量的铜经过逐步富集和铜转炉吹炼,可得到高达98%的粗铜,具有很高的经济利益。

目前,国际上没有混合铅锌精矿中铜含量测定方法,国内与此接近的标准有:《GB/T 8152.7-2006 铅精矿化学分析方法 铜量的测定 火焰原子吸收光谱法》、《GB/T 8151.6-2012 锌精矿化学分析方法 第6部分:铜量的测定 火焰原子吸收光谱法》、《GB/T 3884.2-2012 铜精矿化学分析方法 第1部分铜含量的测定 碘量法》、《YS/T 240.9-2007 铋精矿化学分析方法 铜量的测定 碘量法和火焰原子吸收光谱法》等。上述方法可以借鉴,但不能等同采用。现行标准YS/T 461.8—2013《混合铅锌精矿化学分析方法 铜量的测定 火焰原子吸收光谱法》的测定范围为0.1%~5%,不能满足实际贸易中铜含量高于5%的需求。因此,新增碘量法用于5%~15%铜的测定,作为现行标准YS/T 461.8—2013的配套方法,为企业生产及市场交易结算提供有力的指导,具有重要的现实性和必要性。

此外,随着混合铅锌精矿成分越来越复杂,部分复杂样品仅用盐酸、硝酸不能溶解完全,导致结果偏低,带来贸易纷争,有必要对现行标准YS/T 461.8—2013的样品溶解方法作进一步完善。

## 5.2 项目的可行性简述

常用的铜的测定方法有:碘量法、火焰原子吸收光谱法、电感耦合等离子体发射光谱法等。碘量法是经典化学分析方法,方法成熟,准确度高,适用于大于0.5%铜的测定,对高含量铜的测定尤为适用;而且不需要借助大型仪器设备,检测成本较低,易于推广使用。火焰原子吸收光谱法普遍应用于低含量铜的测定,检测方法公认度高,原子吸收光谱仪是实验室普遍使用的检测设备。

## 5.3 标准的先进性、创新性、标准实施后预期产生的经济效益和社会效益

经过资料搜索,目前国内外标准中均无碘量法测定混合铅锌精矿中铜含量的分析标准。本标准是首次制订,填补了国内外碘量法测定混合铅锌精矿中铜含量标准的空白,有一定的前瞻性和创新性。

该标准的编写符合GB/T1.1-2020《标准化工作导则》的编制要求。标准方法成熟,分析数据准确可靠、可行,能够准满足现有的产品标准要求,与其他YS/T 461.8—202x标准衔接配套,互为补充。该标准技术先进、结构合理、文字简练、条理清晰、可操作性强,达到了国内先进水平。

## 六、采用国际标准和国外先进标准的情况

无。

## 七、与现行法律、法规、强制性国家标准及相关标准协调配套情况

本标准与有关的现行法律、法规和强制性国家标准没有冲突。

本标准与现行标准及制定中的标准无重复交叉情况。

## 八、重大分歧意见的处理经过和依据

编制组严格按既定编制原则进行编写,本标准起草过程中未发生重大的分歧意见。

## 九、标准作为强制性或推荐性标准的建议

建议该标准作为推荐性行业标准,供相关组织参考采用。

## 十、贯彻标准的要求和措施建议

本标准规范了铅锌混合精中铜含量的测定，有利于整个行业分析水平的提升。本标准发布执行后，建议标准主管单位积极向生产厂家及国内外用户进行推广。

本标准首次规定了碘量法测定混合铅锌精矿中铜含量的测定方法。本标准在制定过程中，调研了国内多家冶炼企业，标准技术先进，具有充分的可操作性、适用性，完全能够满足国内外用户、市场的需求。

## 十一、废止现行有关标准的建议

建议本标准代替YS/T 461.8-2013《混合铅锌精矿化学分析方法 铜量的测定 火焰原子吸收光谱法》。

## 十二、其他应予说明的事项

无。

## 十三、附件：试验数据处理及精密度计算

混合铅锌精矿化学分析方法 第8部分：铜含量的测定 火焰原子吸收光谱法和碘量法  
试验数据处理及精密度计算

2023年6月-2024年4月，深圳市中金岭南有色金属股份有限公司凡口铅锌矿、云南驰宏锌锗股份有限公司、铜陵有色金属集团控股有限公司、福建紫金矿冶测试技术有限公司厦门分公司、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、葫芦岛有色金属股份有限公司、株洲冶炼集团股份有限公司、湖南有色金属研究院有限责任公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、山西北方铜业有限公司、江西铜业铅锌金属有限公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、中国检验认证集团广东黄埔有限公司、湖南省遥感地质调查监测所、云铜锌业股份有限公司、中国检验认证集团广西有限公司、湖南水口山有色金属有限责任公司、广西国华计量检测有限公司河池分公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司等20家单位共同参与了《混合铅锌精矿化学分析方法 第8部分：铜含量的测定 火焰原子吸收光谱法和碘量法》标准起草试验。各实验室按照标准草案要求，对编号为HJ-1~HJ-10的10个样品各进行5-11次独立测定，其中实验室12测定了5-7次，实验室18测定了7次，其余实验室均测定了11次。

按照《GB/T 6379.2-2004 确定标准测量方法重复性和再现性的基本方法》的规定，对试验数据进行如下统计分析。

### 1 实验室编号

表 2 实验室编号

编号	实验室名称	编号	实验室名称
1	深圳市中金岭南有色金属股份有限公司凡口铅锌矿	11	山西北方铜业有限公司
2	北矿检测技术股份有限公司	12	江西铜业铅锌金属有限公司
3	铜陵有色金属集团控股有限公司	13	山东恒邦冶炼股份有限公司
4	福建紫金矿冶测试技术有限公司厦门分公司	14	中国检验认证集团广东黄埔有限公司
5	大冶有色设计研究院有限公司	15	湖南省遥感地质调查监测所
6	云南驰宏锌锗股份有限公司	16	云铜锌业股份有限公司

7	葫芦岛有色金属股份有限公司	17	中国检验认证集团广西有限公司
8	株洲冶炼集团股份有限公司	18	湖南水口山有色金属有限责任公司
9	湖南有色金属研究院有限责任公司	19	广西国华计量检测有限公司河池分公司
10	深圳市中金岭南有色金属股份有限公司	20	中国有色桂林矿产地质研究院有限公司

## 2 试验数据及实验室内格拉布斯检验

为防止实验室内变异来自某个异常的测试结果，对各实验室内每个水平的试验数据进行 Grubbs 检验。各实验室原始数据、单元平均值、单元标准偏差等试验数据及格拉布斯检验结果按方法 1 和方法 2 分别列表，详见表 2-1 表 2-38，单位为质量百分数。

经 Grubbs 检验，实验室 6 的 HJ-1 水平试验结果 0.179、实验室 11 的 HJ-5 水平试验结果 5.189 为歧离值，予以保留；实验室 15 的 HJ-7 水平试验结果 7.43、实验室 18 的 HJ-5 水平试验结果 5.15 为离群值，作舍弃处理。其余试验结果无异常。

表 2-1 试验数据及 Grubbs 检验（方法 1）

实验室 i	测定结果	HJ-1	HJ-2	HJ-3	HJ-4	HJ-5
1	1	0.190	0.917	1.817	3.368	5.059
	2	0.187	0.929	1.810	3.400	5.055
	3	0.190	0.924	1.816	3.372	5.074
	4	0.188	0.929	1.806	3.372	5.049
	5	0.187	0.924	1.817	3.372	5.104
	6	0.189	0.919	1.794	3.364	5.114
	7	0.186	0.926	1.824	3.367	5.100
	8	0.188	0.925	1.797	3.338	5.061
	9	0.186	0.914	1.809	3.343	5.065
	10	0.188	0.932	1.816	3.357	5.087
	11	0.186	0.930	1.828	3.377	5.085
	测定次数 n	11	11	11	11	11
	平均值	0.188	0.924	1.812	3.366	5.078
	SD	0.0015	0.0057	0.010	0.017	0.022
	RSD/%	0.79	0.62	0.57	0.50	0.43
	Max	0.190	0.932	1.828	3.400	5.114
	Min	0.186	0.914	1.794	3.338	5.049
	Gmax	1.343	1.400	1.540	2.037	1.645
	Gmin	1.343	1.749	1.732	1.677	1.325
G <sub>95</sub> (n)	2.355	2.355	2.355	2.355	2.355	
G <sub>99</sub> (n)	2.564	2.564	2.564	2.564	2.564	
检验结果	无异常	无异常	无异常	无异常	无异常	

表 2-2 试验数据及 Grubbs 检验（方法 2）

实验室 i	测定结果	HJ-6	HJ-7	HJ-8	HJ-9	HJ-10
1	1	5.02	7.50	10.10	12.54	14.89
	2	5.00	7.58	10.11	12.59	14.89
	3	5.01	7.55	10.11	12.58	14.82
	4	5.02	7.58	10.16	12.50	14.83
	5	5.01	7.57	10.15	12.58	14.95
	6	5.01	7.55	10.15	12.62	14.87

	7	5.00	7.58	10.11	12.62	14.90
	8	5.02	7.58	10.13	12.55	14.94
	9	5.01	7.54	10.11	12.56	14.89
	10	5.00	7.52	10.06	12.49	14.79
	11	5.02	7.50	10.12	12.48	14.77
	测定次数n	11	11	11	11	11
	平均值	5.011	7.550	10.119	12.555	14.867
	SD	0.008	0.032	0.028	0.049	0.058
	RSD/%	0.17	0.42	0.28	0.39	0.39
	Max	5.02	7.58	10.16	12.62	14.95
	Min	5.00	7.50	10.06	12.48	14.77
	Gmax	1.083	0.949	1.460	1.325	1.427
	Gmin	1.323	1.581	2.100	1.529	1.668
	G <sub>95</sub> (n)	2.355	2.355	2.355	2.355	2.355
	G <sub>99</sub> (n)	2.564	2.564	2.564	2.564	2.564
	检验结果	无异常	无异常	无异常	无异常	无异常

表 2-3 试验数据及Grubbs检验（方法1）

实验室i	测定结果	HJ-1	HJ-2	HJ-3	HJ-4	HJ-5
2	1	0.181	0.894	1.818	3.314	5.074
	2	0.179(*)	0.889	1.779	3.269	5.093
	3	0.183	0.881	1.802	3.309	5.072
	4	0.181	0.906	1.821	3.289	5.088
	5	0.182	0.921	1.795	3.298	5.042
	6	0.183	0.907	1.786	3.279	5.068
	7	0.181	0.91	1.813	3.319	5.098
	8	0.182	0.915	1.798	3.289	5.064
	9	0.183	0.911	1.832	3.302	5.051
	10	0.181	0.903	1.766	3.315	5.049
	11	0.182	0.926	1.809	3.323	5.088
	测定次数n	11	11	11	11	11
	平均值	0.182	0.906	1.802	3.301	5.072
	SD	0.0012	0.0135	0.0196	0.0174	0.0189
	RSD/%	0.66	1.49	1.09	0.53	0.37
	Max	0.183	0.926	1.832	3.323	5.098
	Min	0.179	0.881	1.766	3.269	5.042
Gmax	0.829	1.485	1.532	1.262	1.374	
Gmin	2.487	1.856	1.839	1.835	1.585	
G <sub>95</sub> (n)	2.355	2.355	2.355	2.355	2.355	
G <sub>99</sub> (n)	2.564	2.564	2.564	2.564	2.564	
检验结果	0.179为歧离值(保留)	无异常	无异常	无异常	无异常	

表 2-4 试验数据及Grubbs检验（方法2）

实验室i	测定结果	HJ-6	HJ-7	HJ-8	HJ-9	HJ-10
2	1	5.04	7.52	10.11	12.51	14.88
	2	5.01	7.54	10.13	12.58	14.84
	3	5.03	7.48	10.17	12.58	14.85
	4	5.04	7.56	10.12	12.51	14.81
	5	5.01	7.54	10.13	12.53	14.86
	6	5.03	7.54	10.12	12.57	14.89
	7	5.04	7.54	10.17	12.52	14.89

	8	5.03	7.54	10.12	12.52	14.81
	9	5.02	7.48	10.14	12.57	14.88
	10	5.02	7.5	10.15	12.53	14.79
	11	5.01	7.53	10.12	12.54	14.78
	测定次数n	11	11	11	11	11
	平均值	5.025	7.525	10.135	12.542	14.844
	SD	0.0121	0.0266	0.0207	0.0279	0.0406
	RSD/%	0.24	0.35	0.20	0.22	0.27
	Max	5.04	7.56	10.17	12.58	14.89
	Min	5.01	7.48	10.11	12.51	14.78
	Gmax	1.236	1.316	1.693	1.364	1.134
	Gmin	1.236	1.692	1.209	1.148	1.578
	G <sub>95</sub> (n)	2.355	2.355	2.355	2.355	2.355
	G <sub>99</sub> (n)	2.564	2.564	2.564	2.564	2.564
	检验结果	无异常	无异常	无异常	无异常	无异常

表 2-5 试验数据及Grubbs检验（方法1）

实验室i	测定结果	HJ-1	HJ-2	HJ-3	HJ-4	HJ-5
3	1	0.183	0.924	1.803	3.288	5.099
	2	0.184	0.92	1.793	3.288	5.037
	3	0.185	0.921	1.793	3.287	5.117
	4	0.188	0.925	1.795	3.274	5.146
	5	0.188	0.921	1.814	3.318	5.089
	6	0.187	0.923	1.807	3.281	5.001
	7	0.186	0.926	1.812	3.251	5.054
	8	0.187	0.925	1.803	3.250	5.039
	9	0.187	0.925	1.815	3.301	5.073
	10	0.185	0.924	1.819	3.283	5.117
	11	0.186	0.926	1.811	3.272	5.094
	测定次数n	11	11	11	11	11
	平均值	0.186	0.924	1.806	3.281	5.079
	SD	0.00161	0.00211	0.00924	0.0197	0.0427
	RSD/%	0.87	0.23	0.51	0.60	0.84
	Max	0.188	0.926	1.819	3.318	5.146
	Min	0.183	0.920	1.793	3.250	5.001
	Gmax	1.240	0.948	1.408	1.874	1.570
	Gmin	1.861	1.895	1.408	1.570	1.828
G <sub>95</sub> (n)	2.355	2.355	2.355	2.355	2.355	
G <sub>99</sub> (n)	2.564	2.564	2.564	2.564	2.564	
检验结果	无异常	无异常	无异常	无异常	无异常	

表 2-6 试验数据及Grubbs检验（方法2）

实验室i	测定结果	HJ-6	HJ-7	HJ-8	HJ-9	HJ-10
3	1	4.99	7.59	10.12	12.61	14.89
	2	4.99	7.55	10.11	12.58	14.87
	3	5.04	7.6	10.19	12.64	14.87
	4	5.01	7.61	10.11	12.62	14.86
	5	5.00	7.59	10.14	12.61	14.86
	6	4.99	7.53	10.19	12.58	14.87
	7	5.01	7.59	10.17	12.6	14.93
	8	5.02	7.59	10.21	12.57	14.85
	9	5.02	7.53	10.18	12.58	14.87

	10	5.01	7.59	10.21	12.66	14.82
	11	5.01	7.61	10.17	12.63	14.89
	测定次数n	11	11	11	11	11
	平均值	5.008	7.580	10.164	12.607	14.871
	SD	0.0154	0.0293	0.0378	0.0287	0.0274
	RSD/%	0.31	0.39	0.37	0.23	0.18
	Max	5.04	7.61	10.21	12.66	14.93
	Min	4.99	7.53	10.11	12.57	14.82
	Gmax	2.081	1.023	1.218	1.849	2.156
	Gmin	1.171	1.705	1.430	1.291	1.863
	G <sub>95</sub> (n)	2.355	2.355	2.355	2.355	2.355
	G <sub>99</sub> (n)	2.564	2.564	2.564	2.564	2.564
	检验结果	无异常	无异常	无异常	无异常	无异常

表 2-7 试验数据及Grubbs检验（方法1）

实验室i	测定结果	HJ-1	HJ-2	HJ-3	HJ-4	HJ-5
4	1	0.188	0.900	1.778	3.277	5.003
	2	0.187	0.908	1.770	3.273	5.016
	3	0.189	0.898	1.774	3.295	5.012
	4	0.190	0.904	1.781	3.304	4.998
	5	0.189	0.897	1.770	3.281	5.005
	6	0.186	0.894	1.810	3.295	5.008
	7	0.189	0.896	1.805	3.321	5.023
	8	0.184	0.902	1.790	3.298	5.015
	9	0.186	0.903	1.795	3.292	5.026
	10	0.185	0.900	1.805	3.299	5.036
	11	0.185	0.904	1.809	3.289	5.024
	测定次数n	11	11	11	11	11
	平均值	0.187	0.901	1.790	3.293	5.015
	SD	0.0020	0.0041	0.0159	0.0134	0.0114
	RSD/%	1.08	0.46	0.89	0.41	0.23
	Max	0.190	0.908	1.810	3.321	5.036
	Min	0.184	0.894	1.770	3.273	4.998
	Gmax	1.483	1.694	1.261	2.092	1.843
	Gmin	1.483	1.694	1.261	1.494	1.492
G <sub>95</sub> (n)	2.355	2.355	2.355	2.355	2.355	
G <sub>99</sub> (n)	2.564	2.564	2.564	2.564	2.564	
检验结果	无异常	无异常	无异常	无异常	无异常	

表 2-8 试验数据及Grubbs检验（方法2）

实验室i	测定结果	HJ-6	HJ-7	HJ-8	HJ-9	HJ-10
4	1	5.01	7.55	10.14	12.55	14.82
	2	5.03	7.58	10.17	12.56	14.94
	3	5.06	7.54	10.09	12.57	14.86
	4	4.99	7.56	10.17	12.52	14.82
	5	5.04	7.54	10.10	12.55	14.86
	6	4.98	7.53	10.12	12.54	14.83
	7	5.00	7.52	10.14	12.49	14.79
	8	4.98	7.46	10.09	12.50	14.69
	9	4.96	7.50	10.11	12.56	14.93
	10	4.99	7.59	10.14	12.60	14.85
	11	11	11	11	11	11



	测定次数n	5.006	7.538	10.129	12.545	14.837
	平均值	0.0304	0.0363	0.0291	0.0317	0.0672
	SD	0.61	0.48	0.29	0.25	0.45
	RSD/%	5.06	7.59	10.17	12.60	14.94
	Max	4.96	7.46	10.09	12.49	14.69
	Min	1.775	1.433	1.407	1.733	1.532
	Gmax	1.512	2.150	1.338	1.733	2.186
	Gmin	2.355	2.355	2.355	2.355	2.355
	G <sub>95</sub> (n)	2.564	2.564	2.564	2.564	2.564
	G <sub>99</sub> (n)	无异常	无异常	无异常	无异常	无异常
	检验结果	5.01	7.55	10.14	12.55	14.82

表 2-9 试验数据及Grubbs检验（方法1）

实验室i	测定结果	HJ-1	HJ-2	HJ-3	HJ-4	HJ-5
5	1	0.184	0.910	1.800	3.287	5.089
	2	0.183	0.907	1.793	3.300	5.040
	3	0.183	0.906	1.767	3.298	5.057
	4	0.183	0.904	1.818	3.317	5.045
	5	0.184	0.907	1.795	3.290	5.082
	6	0.183	0.899	1.809	3.282	5.081
	7	0.183	0.912	1.820	3.292	5.085
	8	0.184	0.900	1.811	3.305	5.066
	9	0.183	0.910	1.794	3.302	5.055
	10	0.183	0.906	1.790	3.313	5.069
	11	0.183	0.909	1.799	3.299	5.056
	测定次数n	11	11	11	11	11
	平均值	0.183	0.906	1.800	3.299	5.066
	SD	0.0005	0.0041	0.0149	0.0106	0.0167
	RSD/%	0.26	0.45	0.83	0.32	0.33
	Max	0.184	0.912	1.820	3.317	5.089
	Min	0.183	0.899	1.767	3.282	5.040
	Gmax	2.141	1.470	1.341	1.694	1.375
Gmin	0.000	1.715	2.213	1.600	1.554	
G <sub>95</sub> (n)	2.355	2.355	2.355	2.355	2.355	
G <sub>99</sub> (n)	2.564	2.564	2.564	2.564	2.564	
检验结果	无异常	无异常	无异常	无异常	无异常	

表 2-3 试验数据及Grubbs检验（方法2）

实验室i	测定结果	HJ-6	HJ-7	HJ-8	HJ-9	HJ-10
5	1	5.02	7.49	10.07	12.57	14.79
	2	5.01	7.50	10.12	12.55	14.83
	3	5.02	7.52	10.12	12.54	14.83
	4	5.04	7.55	10.14	12.56	14.81
	5	4.99	7.52	10.13	12.58	14.88
	6	5.00	7.52	10.12	12.60	14.87
	7	4.99	7.53	10.09	12.59	14.88
	8	5.01	7.55	10.11	12.57	14.84
	9	5.01	7.52	10.11	12.57	14.89
	10	4.98	7.51	10.06	12.55	14.79
	11	5.03	7.50	10.11	12.50	14.79
	测定次数n	11	11	11	11	11
	平均值	5.009	7.519	10.107	12.562	14.836

	SD	0.0181	0.0192	0.0245	0.0271	0.0388
	RSD/%	0.36	0.26	0.24	0.22	0.26
	Max	5.04	7.55	10.14	12.60	14.89
	Min	4.98	7.49	10.06	12.50	14.79
	Gmax	1.709	1.614	1.345	1.400	1.392
	Gmin	1.599	1.509	1.916	2.285	1.186
	G <sub>95</sub> (n)	2.355	2.355	2.355	2.355	2.355
	G <sub>99</sub> (n)	2.564	2.564	2.564	2.564	2.564
	检验结果	无异常	无异常	无异常	无异常	无异常

表 2-4 试验数据及Grubbs检验（方法1）

实验室i	测定结果	HJ-1	HJ-2	HJ-3	HJ-4	HJ-5
6	1	0.168	0.882	1.853	3.189	5.032
	2	0.168	0.874	1.776	3.259	4.989
	3	0.182	0.865	1.656	3.142	4.896
	4	0.167	0.891	1.821	3.351	4.922
	5	0.188	0.903	1.695	3.295	5.103
	6	0.185	0.854	1.795	3.327	4.965
	7	0.184	0.838	1.763	3.198	4.972
	8	0.166	0.867	1.741	3.242	5.042
	9	0.169	0.846	1.811	3.276	4.932
	10	0.183	0.859	1.760	3.401	4.947
	11	0.184	0.877	1.788	3.194	4.987
	测定次数n	11	11	11	11	11
	平均值	0.177	0.869	1.769	3.261	4.981
	SD	0.0089	0.0193	0.056	0.078	0.060
	RSD/%	5.02	2.22	3.19	2.41	1.20
	Max	0.188	0.903	1.853	3.401	5.103
	Min	0.166	0.838	1.656	3.142	4.896
	Gmax	1.237	1.760	1.491	1.784	2.036
	Gmin	1.237	1.605	2.005	1.516	1.419
G <sub>95</sub> (n)	2.355	2.355	2.355	2.355	2.355	
G <sub>99</sub> (n)	2.564	2.564	2.564	2.564	2.564	
检验结果	无异常	无异常	无异常	无异常	无异常	

表 2-5 试验数据及Grubbs检验（方法2）

实验室i	测定结果	HJ-6	HJ-7	HJ-8	HJ-9	HJ-10
6	1	4.88	7.53	10.11	12.49	14.88
	2	4.93	7.48	10.03	12.56	14.95
	3	4.87	7.44	10.19	12.42	14.83
	4	4.93	7.46	10.08	12.51	14.86
	5	4.78	7.56	10.12	12.57	14.92
	6	4.86	7.58	10.07	12.44	14.84
	7	4.91	7.43	10.07	12.47	14.87
	8	4.83	7.49	10.10	12.54	14.95
	9	4.88	7.55	10.05	12.46	14.96
	10	4.94	7.46	10.01	12.40	14.80
	11	4.87	7.52	10.09	12.53	14.85
	测定次数n	11	11	11	11	11
	平均值	4.880	7.500	10.084	12.490	14.883

	SD	0.048	0.051	0.048	0.057	0.054
	RSD/%	0.97	0.68	0.48	0.46	0.37
	Max	4.94	7.58	10.19	12.57	14.96
	Min	4.78	7.43	10.01	12.40	14.80
	Gmax	1.262	1.569	2.189	1.401	1.415
	Gmin	2.104	1.373	1.528	1.576	1.525
	G <sub>95</sub> (n)	2.355	2.355	2.355	2.355	2.355
	G <sub>99</sub> (n)	2.564	2.564	2.564	2.564	2.564
	检验结果	无异常	无异常	无异常	无异常	无异常

表 2-6 试验数据及Grubbs检验（方法1）

实验室i	测定结果	HJ-1	HJ-2	HJ-3	HJ-4	HJ-5
7	1	0.180	0.906	1.798	3.307	5.091
	2	0.179	0.898	1.802	3.313	5.064
	3	0.179	0.891	1.786	3.297	5.062
	4	0.179	0.916	1.798	3.305	5.073
	5	0.179	0.902	1.802	3.299	5.079
	6	0.179	0.915	1.796	3.301	5.065
	7	0.179	0.905	1.804	3.297	5.068
	8	0.181	0.896	1.791	3.298	5.085
	9	0.181	0.898	1.801	3.284	5.070
	10	0.180	0.904	1.787	3.287	5.090
	11	0.181	0.899	1.810	3.319	5.056
	测定次数n	11	11	11	11	11
	平均值	0.180	0.903	1.798	3.301	5.073
	SD	0.00090	0.0077	0.0073	0.0102	0.0118
	RSD/%	0.50	0.85	0.41	0.31	0.23
	Max	0.181	0.916	1.810	3.319	5.091
	Min	0.179	0.891	1.786	3.284	5.056
	Gmax	1.106	1.698	1.636	1.758	1.531
	Gmin	1.106	1.567	1.636	1.660	1.446
G <sub>95</sub> (n)	2.355	2.355	2.355	2.355	2.355	
G <sub>99</sub> (n)	2.564	2.564	2.564	2.564	2.564	
检验结果	无异常	无异常	无异常	无异常	无异常	

表 2-7 试验数据及Grubbs检验（方法2）

实验室i	测定结果	HJ-6	HJ-7	HJ-8	HJ-9	HJ-10
7	1	4.99	7.55	10.10	12.57	14.84
	2	4.98	7.54	10.07	12.56	14.95
	3	4.98	7.52	10.06	12.56	14.86
	4	5.03	7.53	10.13	12.57	14.92
	5	5.03	7.54	10.10	12.54	14.90
	6	5.01	7.51	10.04	12.57	14.88
	7	5.00	7.50	10.08	12.58	14.86
	8	4.98	7.50	10.11	12.56	14.90
	9	5.00	7.54	10.12	12.55	14.82
	10	5.03	7.54	10.09	12.55	14.76
	11	5.02	7.52	10.11	12.56	14.94
	测定次数n	11	11	11	11	11
	平均值	5.005	7.526	10.092	12.561	14.875
	SD	0.0207	0.0175	0.0271	0.0114	0.0557
	RSD/%	0.41	0.23	0.27	0.09	0.37

	Max	5.03	7.55	10.13	12.58	14.95
	Min	4.98	7.50	10.04	12.54	14.76
	Gmax	1.209	1.373	1.400	1.672	1.345
	Gmin	1.209	1.488	1.916	1.848	2.063
	G <sub>95</sub> (n)	2.355	2.355	2.355	2.355	2.355
	G <sub>99</sub> (n)	2.564	2.564	2.564	2.564	2.564
	检验结果	无异常	无异常	无异常	无异常	无异常

表 2-8 试验数据及Grubbs检验（方法1）

实验室i	测定结果	HJ-1	HJ-2	HJ-3	HJ-4	HJ-5
8	1	0.179	0.889	1.728	3.282	5.125
	2	0.176	0.896	1.788	3.332	5.163
	3	0.180	0.911	1.815	3.313	5.061
	4	0.179	0.893	1.796	3.302	5.099
	5	0.181	0.899	1.802	3.293	5.052
	6	0.181	0.904	1.716	3.296	5.036
	7	0.179	0.892	1.783	3.275	5.112
	8	0.180	0.900	1.809	3.297	5.013
	9	0.180	0.906	1.775	3.309	5.039
	10	0.178	0.895	1.763	3.292	5.026
	11	0.179	0.908	1.788	3.265	5.103
	测定次数n	11	11	11	11	11
	平均值	0.179	0.899	1.778	3.296	5.075
	SD	0.00142	0.0071	0.0317	0.0185	0.0477
	RSD/%	0.79	0.79	1.78	0.56	0.94
	Max	0.181	0.911	1.815	3.332	5.163
	Min	0.176	0.889	1.716	3.265	5.013
	Gmax	1.408	1.683	1.168	1.948	1.845
	Gmin	2.112	1.402	1.958	1.678	1.300
	G <sub>95</sub> (n)	2.355	2.355	2.355	2.355	2.355
G <sub>99</sub> (n)	2.564	2.564	2.564	2.564	2.564	
检验结果	无异常	无异常	无异常	无异常	无异常	

表 2-9 试验数据及Grubbs检验（方法2）

实验室i	测定结果	HJ-6	HJ-7	HJ-8	HJ-9	HJ-10
8	1	5.01	7.48	10.10	12.50	14.84
	2	5.01	7.53	10.08	12.54	14.84
	3	5.01	7.45	10.08	12.47	14.82
	4	5.00	7.51	10.08	12.56	14.86
	5	4.98	7.48	10.10	12.58	14.87
	6	4.97	7.50	10.12	12.55	14.87
	7	4.98	7.48	10.14	12.52	14.86
	8	4.97	7.56	10.11	12.47	14.86
	9	4.99	7.50	10.10	12.54	14.86
	10	4.98	7.53	10.10	12.55	14.82
	11	5.01	7.53	10.10	12.50	14.82
	测定次数n	11	11	11	11	11
	平均值	4.992	7.505	10.101	12.525	14.847
	SD	0.0166	0.0314	0.0181	0.0364	0.0200
	RSD/%	0.33	0.42	0.18	0.29	0.14
	Max	5.01	7.56	10.14	12.58	14.87
	Min	4.97	7.45	10.08	12.47	14.82

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/558014030060006072>