**铜阳极泥分银渣化学分析方法**

**第5部 分：铜量、锑量、铋量、硒量、碲量和锡量的测定**

**电感耦合等离子体发射光谱法**

**编制说明**

1 任务来源

根据工业和信息化部“关于印发2016年第一批行业标准制修订计划的通知”（工信厅科[2016]58号）的文件精神，以及全国有色金属标准化技术委员会“关于印发《铜阳极泥分银渣化学分析方法》等69项标准任务落实会会议的通知”（有色标委[2016]48号）及相关会议纪要的文件精神，《铜阳极泥分银渣化学分析方法第5部 分：铜量、锑量、铋量、硒量、碲量和锡量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法》由深圳市中金岭南有色金属股份有限公司起草，广东省韶关市质量计量监督检测所、中条山有色金属集团有限公司、大冶有色设计研究院有限公司、河南中原黄金冶炼厂有限责任公司、北矿检测技术有限公司、福建紫金矿冶测试技术有限公司、浙江富春江冶炼集团有限公司、郴州市金贵银业股份有限公司、江西铜业股份有限公司等单位协助起草。项目计划编号：（2016〕58号2016-0246T-YS），完成年限2018年。

2 工作过程

2016年9月21日～23日全国有色金属标准化技术委员会在安徽省蚌埠市组织召开了《铜阳极泥分银渣化学分析方法》等69项标准任务落实会议，会议确定了标准制定的起草单位和参与验证单位，落实了标准计划项目的进度安排和分工。

2017年8月22日~8月24日全国有色金属标准化技术委员会在山东泰安召开《铜阳极泥分银渣化学分析方法》行业标准讨论会议。会议对八个分标准讨论稿、试验报告及验证报告进行分析和讨论，并对此系列标准研究接下来的工作进行安排。

3 准编写原则和编写格式

本标准是根据GB/T1.1-2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写规则》和GB/T20001.4-2001《标准编写规则 第4部分：化学分析方法》的要求进行编写的。

4 标准编写的目的和意义

铜阳极泥分银渣是铜阳极泥经过硫酸化焙烧、分铜浸出、氯化分金和氨浸分银等步骤处理后的主要副产品。我国是铜的生产和消费大国，精炼铜产量超过400万t，随之每年将产生数万吨阳极泥分银渣。随着经济社会的快速发展，国家对铜的需求量将进一步加大，也将会产生更多的分银渣。分银渣中含有大量重金属铅，如不妥善处理， 不但会造成资源浪费， 而且将对自然环境及人们生活造成严重影响。同时，分银渣还含有锡、锑、铋、铜和金、银等贵金属，铜含量较高，可以作为二次资源回收利用。在矿产资源日趋枯竭的今天，考虑以阳极泥分银渣作为二次资源，探索开发环境友好、高效经济的工艺技术，最大化地提取有价金属，富集回收贵金属，实现资源循环利用及有价金属材料生产，已成为有色金属再生循环领域研究中的热点。

经标准查新，目前国内尚无统一的铜阳极泥分银渣化学分析方法，导致贸易时常有争议。因此制定相应的铜阳极泥分银渣化学分析方法，对促进生产和指导贸易具有重要的意义。

5 国内外有关工作情况

《铜阳极泥分银渣化学分析方法》系列行业标准分析方法的第1部分~第4部分的标准都是单一元素的检测方法，每种元素单独进行检测分析，耗时比较长，人工成本高，同时也需要较多的化学试剂。随着现代分析检测技术的发展，以及人们重视绿色环保检测，减少环境污染，电感耦合等离子体发射光谱分析仪使用越来越广泛。电感耦合等离子体发射光谱分析仪可以快速地同时进行多元素分析，铜阳极泥分银渣化学分析方法所含的杂质元素铜、锑、铋、硒、碲、锡可一次同时进行测定， 1~2小时就能完成所有元素的检测，大大提高了检测效率，同时使用试剂少，也减少了对环境的污染。因此中金岭南有色金属股份有限公司采用电感耦合等离子体发射光谱仪测定铜阳极泥分银渣化学分析方法中铜、锑、铋、硒、碲、锡的含量，通过大量的实践，所提出方法技术稳定，结果准确，方便批量操作，能很好满足日常检测与生产过程中快速响应的要求。因此考虑采用电感耦合等离子体发射光谱仪测定铜阳极泥分银渣化学分析方法中铜、锑、铋、硒、碲、锡的含量。现行的电感耦合等离子体发射光谱仪测定多元素的国家和行业标准有很多，测定元素完全相同的可以借鉴。但电感耦合等离子体发射光谱仪测定铜阳极泥分银渣中的元素种类不同，含量范围不同，成分更加复杂，如样品消解方式、共存元素干扰情况，都不能等同采用，

本法对测定条件和测定方法进行系统研究，并确定方法的准确度及精密度，最终形成行业标准。

6 标准适用范围

本部分适用于铜阳极泥分银渣中铜量、锑量、铋量、硒量、碲量和锡量的测定。测定范围见表1。

表1 测定范围

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 测定范围/% | 元素 | 测定范围/% |
| Cu | 0.1～5.0 | Se | 0.05～5.0 |
| Sb | 0.1～5.0 | Te | 0.1～5.0 |
| Bi | 0.2～5.0 | Sn | 0.1～5.0 |

7 试验报告

试验报告见附件1。

8 协同试验

8.1 样品的准备

由中金岭南韶关冶炼厂、中条山有色金属集团有限公司、浙江江铜富冶和鼎铜业有限公司、山东阳谷祥光铜业有限公司、江西铜业股份有限公司等单位提供了11个水平的样品。

8.2 精密度试验

在精密度试验方面，11个实验室（见表2）对5个水平的样品进行试验，根据国家标准GB/T 6379.2-2004确定标准测量方法的重复性和再现性的基本方法（ISO 5725-2：1994，IDT）的规定，对收到的全部数据进行了统计分析。原始数据及统计结果见附件2。

表2 协同试验的实验室编号

|  |  |
| --- | --- |
| 编号 | 实验室 |
| 1 | 深圳市中金岭南有色金属股份有限公司 |
| 2 | 广东韶关市质量计量监督检测所 |
| 3 | 中条山有色金属集团有限公司 |
| 4 | 大冶有色设计研究院有限公司 |
| 5 | 河南中原黄金冶炼厂有限责任公司、 |
| 6 | 北矿检测技术有限公司 |
| 7 | 福建紫金矿冶测试技术有限公司 |
| 8 | 浙江富春江冶炼集团有限公司 |
| 9 | 郴州市金贵银业股份有限公司 |
| 10 | 江西铜业股份有限公司 |

8.3 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3数据采用线性内插法求得：

表3 重复性限

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *W*Cu/% |  |  |  |  |  |  |
| *r*/% |  |  |  |  |  |  |
| *W*Sb/% |  |  |  |  |  |  |
| *r*/% |  |  |  |  |  |  |
| *W*Bi/% |  |  |  |  |  |  |
| *r*/% |  |  |  |  |  |  |
| *W*Se/% |  |  |  |  |  |  |
| *r*/% |  |  |  |  |  |  |
| *W*Te/% |  |  |  |  |  |  |
| *r*/% |  |  |  |  |  |  |
| *WSn/%* |  |  |  |  |  |  |
| *r/%* |  |  |  |  |  |  |

8.4 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4数据采用线性内插法求得：

表4 再现性限

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *W*Cu/% |  |  |  |  |  |  |
| *R*/% |  |  |  |  |  |  |
| *W*Sb/% |  |  |  |  |  |  |
| *R*/% |  |  |  |  |  |  |
| *W*Bi/% |  |  |  |  |  |  |
| *R*/% |  |  |  |  |  |  |
| *W*Se/% |  |  |  |  |  |  |
| *R*/% |  |  |  |  |  |  |
| *W*Te/% |  |  |  |  |  |  |
| *R*/% |  |  |  |  |  |  |
| *WSn/%* |  |  |  |  |  |  |
| *R/%* |  |  |  |  |  |  |

9 标准征求意见稿意见汇总与处理

在协同试验和标准预审过程中，征求的意见以及对意见的分析处理，详见意见汇总表。

10 预期效果

经研究、讨论和审定后，所制定的《铜阳极泥分银渣化学分析方法 第5部 分：铜量、锑量、铋量、硒量、碲量和锡量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法》标准为推荐性有色金属化学分析方法行业标准，为国内首次制定、发行。

深圳市中金岭南有色金属股份有限公司

2017年11月12日

附件1：试验报告

附件2：数据汇总处理表

附件3：意见汇总

附件1：试验报告

**铜阳极泥分银渣化学分析方法**

**第5部 分：铜量、锑量、铋量、硒量、碲量和锡量的测定**

**电感耦合等离子体发射光谱法**

1 范围

本部分规定了铜阳极泥分银渣中铜量、锑量、铋量、硒量、碲量和锡量的测定方法。

本部分适用于铜阳极泥分银渣中铜量、锑量、铋量、硒量、碲量和锡量的测定。测定范围见表1。

表1 测定范围

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 测定范围/% | 元素 | 测定范围/% |
| Cu | 0.1～5.00 | Se | 0.05～5.0 |
| Sb | 0.10～5.00 | Te | 0.1～5.0 |
| Bi | 0.2～5.00 | Sn | 0.1～5.0 |

2 方法提要

试料于高温马弗炉中，用氢氧化钠和过氧化钠熔融，用水浸出熔融物后，用盐酸中和酸化，在稀盐酸介质中，用电感耦合等离子体原子发射光谱法，于各元素选定的波长处测定其发射强度，按标准工作曲线计算各元素的质量分数。

3 试剂

除非另有说明，本方法所用试剂均为优级纯，水为超纯水。

3.1氢氧化钠（GR）

3.2过氧化钠（GR）

3.3 盐酸（ρ1.19g/mL）。

3.4 硝酸（ρ1.40g/mL）

3.5 盐酸（1+1）。

3.6 硝酸（1+1）

3.7 铜标准贮存溶液：称取1.0000g金属铜（wCu≥99.99%）置于300mL烧杯中，加入40mL硝酸（3.6），低温溶解，加热除去氮的氧化物，取下冷却。移入1000mL容量瓶中，加入30mL硝酸（3.4），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg铜。

3.8 碲标准贮存溶液：称取1.0000g金属碲（wTe≥99.99%）置于300mL烧杯中，加入40mL硝酸（3.6），低温溶解，加热除去氮的氧化物，取下冷却。移入1000mL容量瓶中，加入30mL硝酸（3.4），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg碲。

3.9 锑标准贮存溶液：称取1.0000g金属锑（wSb≥99.99％）置于300mL烧杯中，加入60mL盐酸（3.3）、20mL硝酸（3.4），低温加热溶解，冷却，移入1000mL容量瓶中，加入140mL盐酸（3.3），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1000μg锑。

3.10 铋标准贮存溶液：称取1.0000g金属铋（wBi≥99.99％）置于300mL烧杯中，加入40mL硝酸（3.6），低温溶解，加热除去氮的氧化物，取下冷却。移入1000mL容量瓶中，加入30mL硝酸（3.4），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg铋。

3.11 硒标准贮存溶液：称取1.000g硒，置于100mL烧杯中，加入40mL硝酸（3.6），低温加热溶解，除去氮的氧化物，冷却，移入1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1mL含1000μg硒。

3.12锡标准贮存溶液：称取1.0000g金属锡(wSn≥99.99%)，置于1000mL容量瓶中，加200mL盐酸(3.5)，待其完全溶解后，加100mL盐酸(3.3)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg锡。

3.13 铜、锑、铋、硒、碲、锡混合标准溶液：分别移取10.00mL标准贮存溶液（3.7～3.12）于200mL容量瓶中，加入20mL盐酸(3.3)，用水稀释至刻度，混匀。此混合标准溶液1mL分别含50μg铜、锑、铋、硒、碲、锡。

4 仪器

4.1电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

——在仪器的最佳工作条件下，用最低浓度的标准溶液（不是“零”浓度标准溶液）测量11次，各元素光强度的相对标准偏差不超过2.5%。

——各元素推荐的分析谱线见表2。

表2 各元素的推荐谱线

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | Cu | Sb | Bi | Se | Te | Sn |
| 谱线波长λ/nm | 324.75 | 206.833 | 223.06 | 196.09 | 214.28 | 189.99 |

5 试样

试样粒度应不大于0.074 mm。试样应在105℃±5℃烘干1h，并置于干燥器中冷到室温备用。

6 分析步骤

6.1 试料

称取0.40 g样品，精确至0.0001g。

6.2 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 试样的分解

先加入1g氢氧化钠（3.1）于30mL的镍坩埚中，放入马弗炉中630℃溶好后冷却，然后将称取的试料（6.1）置于坩埚中，加入1g氢氧化钠（3.1）和0.5g过氧化钠(3.2)覆盖试料，置于已升温至300℃的马弗炉中，升温至630℃，熔融30min后，取出，将熔融物均匀摇动，冷却。

将坩埚与熔融物置于预先盛有150mL热水的300mL烧杯中，在电热板上加热浸取熔融物，洗净坩埚和玻璃棒后冷至室温，缓慢加入盐酸（3.3）至溶液酸化并过量25mL，在电热板上微沸10min，取下冷却。将溶液连同沉淀移入250mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，干过滤，弃去初滤液，保留中段滤液。

分取5mL滤液于100mL容量瓶中，补加5mL盐酸（3.3），用水稀释至刻度，混匀。

6.4.2 测定

在电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，于选定的分析谱线处，测量试液（6.4.1）及随同试料空白溶液（6.3）中各待测元素的发射强度，从工作曲线上计算经空白校正的各被测元素的质量浓度。

6.4.3 工作曲线的绘制

移取0 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL混合标准溶液（3.12）于一组100 mL容量瓶中，加入5 mL试料空白溶液（6.3），加入5mL盐酸（3.5），用水稀释至刻度，混匀。

在电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，于选定的分析谱线处，测量标准系列溶液的发射强度。分别以被测元素的质量浓度为横坐标，发射强度为纵坐标，绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

被测元素的量以被测元素的质量分数wx计，数值以%表示，按公式（1）计算：

 ……………………………（1）

式中：

x——被测元素，铜、锑、铋、硒、碲和锡；

ρx——试液中被测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

ρ0——空白溶液中被测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

V——试液总体积，单位为毫升（mL）；

V1——分取试液体积，单位为毫升（mL）；

V2——测定试液的体积，单位为毫升（mL）；

m——试料的质量，单位为克（g）。

铜、锑、铋、硒、碲和锡元素计算结果表示到小数点后两位，小于0.10%时，保留两位有效数字。

**二 结果与讨论**

1. 仪器测定条件

1.1仪器工作条件：射频功率1.0kw，冷却气流量14 L/min，护套气流量0.2 L/min，载气流量0.8m L/min，试液提升量1.0 L/min，入射狭缝20μm，出射狭缝15μm，积分时间3s，读数3次，轴向观测。

1.2 被测元素的谱线选择

谱线的选择应遵循所选谱线灵敏度高，干扰少的原则。通过在同一条件下，同时测定各谱线的强度及对待测谱线周围干扰谱线的观察分析，选择表1所列谱线为各元素分析谱线。

表1 各元素的推荐谱线

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | Cu | Sb | Bi | Se | Te | Sn |
| 谱线波长λ/nm | 324.75 | 206.83 | 223.06 | 196.09 | 214.28 | 189.99 |

1.3 测定酸度影响

按照实验方法，在四个100mL容量瓶中分别加入1 mL、2 mL、5 mL、10 mL的盐酸，加入2mL混合标准溶液，在选定的条件下测定各元素浓度值，

表2 酸度加入量的影响

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| VHCl  元素 | 1 mL | 2 mL | 5 mL | 10 mL |
| Cu | 1.01 | 1.00 | 1.02 | 1.01 |
| Sb | 0.98 | 1.02 | 1.00 | 1.02 |
| Bi | 1.00 | 1.04 | 1.03 | 1.02 |
| Se | 0.97 | 1.03 | 1.02 | 1.01 |
| Te | 1.02 | 0.99 | 1.00 | 1.05 |

结果显示，以上几种酸度对测定结果没有影响。考虑到铜阳极泥分银渣中杂质含量高，银含量有时高达3%，为了使银形成稳定的四氯化银络合物，本实验选择5%的盐酸介质。

1.4、工作曲线的绘制

移取0 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL混合标准溶液（3.12）于一组100 mL容量瓶中，加入5.00 mL试料空白溶液（6.3），加入5mL盐酸（3.3），用水稀释至刻度，混匀。

在电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，于选定的分析谱线处，测量标准系列溶液的铜量、锑量、铋量、硒量、碲量和锡量的发射强度。分别以被测元素的质量浓度为横坐标，发射强度为纵坐标，绘制工作曲线。

**表3 工作曲线**Ⅰ

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元 素 | 标准点浓度/μg/mL | | | | | | | 相关系数 |
| Cu | 0 | 0.10 | 0.25 | 0.50 | 1.0 | 2.5 | 5.0 | 0.99999 |
| Sb | 0 | 0.10 | 0.30 | 0.50 | 1.0 | 2.5 | 5.0 | 0.99996 |
| Bi | 0 | 0.10 | 0.30 | 0.50 | 1.0 | 2.5 | 5.0 | 0.99997 |
| Se | 0 | 0.10 | 0.30 | 0.50 | 1.0 | 2.5 | 5.0 | 0.99997 |
| Te | 0 | 0.10 | 0.30 | 0.50 | 1.0 | 2.5 | 5.0 | 0.99991 |
| Sn | 0 | 0.10 | 0.30 | 0.50 | 1.0 | 2.5 | 5.0 | 0.99998 |

由表3可见，各元素工作曲线的相关系数均大于0.9999，能够满足分析的要求。

1.5 元素检出限和定量下限的确定

按1.4 工作曲线配制的空白溶液，对空白溶液连续测定11次，计算标准偏差，以3倍的标准偏差/斜率为检出限，10倍的标准偏差/斜率为方法的测定下限，结果见表4。数据显示，各元素的检出限均能满足方法中的最低浓度要求。

**表4 仪器检出限和方法的检测下限**

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | Cu | Sb | Bi | Se | Te | Sn |
| 检出限 | 0.0015 | 0.0073 | 0.0054 | 0.0034 | 0.0039 | 0.0023 |
| 方法测定下限 | 0.0049 | 0.024 | 0.018 | 0.011 | 0.013 | 0.0077 |

**2.试样分解方法的选择**

由于铜阳极泥分银渣样品组成较为复杂，本试验拟采用一次溶样，用电感耦合等离子体原子发射光谱法对其5种待测元素进行同时测定，但锡、锑元素容易水解，硒在高温容易挥发，因此样品分解方法的选择是本实验能否准确测定这些元素的关键。为此我们试验了以下几种样品处理方案：

方案一：称取0.400g（精确至0.0001g）试样于150mL烧杯中，吹少量水，分次加入15mL硝酸溶至10mL，再加入15mL盐酸盖上表皿，加入少量氟化铵除硅，适量酒石酸防止锡锑水解，低温加热溶解样品。

试验现象及结果：部分单位的样品溶解至清亮，有些单位的样品非常浑浊，呈牛奶状，部分元素如锑的结果精密度较差，结果偏低。

方案二：称取0.400g（精确至0.0001g）试样于150mL烧杯中，吹少量水，分次加入15mL硝酸微沸溶至10mL，再加入15mL盐酸盖上表皿，低温加热溶解，加入5mL硫酸冒烟溶至试样清亮。

试验现象及结果：样品较清亮，硒在硫酸冒烟状态下挥发损失，结果偏低。

方案三：称取0.400g（精确至0.0001g）试样，加入适量的氢氧化钠和过氧化钠于高温马弗炉熔融。

试验现象及结果：样品溶液比较清亮，精密度数据稳定。

实验结果表明，部分样品，方案一能够完全溶解，但若样品中锡含量高会水解，试样浑浊。方案二中硒酸的挥发温度为260℃，损失，不可行。方案三样品能够完全溶解，无水解现象。故选用方案三进行多元素测定。

**3干扰试验**

3.1 钠离子基体对所测元素的影响

按照实验方法，配制钠基体溶液（即空白溶液），分别分取0,2mL, 5mL ,7mL,10mL加入到待测元素中进行测定，考察钠基体对所测元素在所选波长处的干扰情况。结果见表5。 (待测元素浓度为2.5ug/mL)

表5 钠离子基体对测定元素的干扰

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 钠离子浓度（mg/mL） | Cu | Sb | Bi | Se | Te | Sn |
| 0 | 1239430 | 103093 | 77397 | 92267 | 138657 | 195278 |
| 0.20 | 1347770 | 107126 | 80410 | 95937 | 147670 | 200016 |
| 0.50 | 1364470 | 105018 | 80949 | 94908 | 147382 | 200093 |
| 0.70 | 1390420 | 105816 | 82509 | 95175 | 147512 | 205754 |
| 1.00 | 1399350 | 104820 | 83199 | 93821 | 145365 | 205424 |

由表5数据可看出，钠基体对所测元素有一定的影响。考虑在±5%的测定误差内，本试验选择在标准溶液中加入与试样溶液等量的钠离子浓度（0.5 mg/mL），消除系统误差。

3.2 共存元素的干扰

于一系列100mL容量瓶中，加入铜阳极泥分银渣中可能存在的最高杂质元素，铜阳极泥分银渣中主要杂质元素最高为铜25%、锑25%、铋25%、硒5%、碲5%、铅45%、锡20%、砷5%、金0.0300%、银3%、铂0.005%、钯0.01%、镍5%（考虑坩埚中会溶出部分镍，干扰试验中镍的量按10%加，见下表溶出镍试验）等元素。向100ml容量瓶中分别加入铜、锑、铋、硒、碲、锡标准溶液使其浓度为1μg/mL的单元素标准溶液，通过在标准溶液中加入表6中浓度的杂质元素进行干扰实验，加入等量的钠离子基体，用基体匹配工作曲线测定，测定结果见表6。

**表6 共存元素干扰实验测定结果（单位：μg/mL）**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 待测元素 | 共存离子浓度/**μg/mL** | 测定值 |
| Cu | Ag2.4、Sb20、Bi20、Se4、Te4、Pb36、Sn16、As4、Ni8 | 1.01 |
| Sb | Ag2.4、Cu20、Bi20、Se4、Te4、Pb36、Sn16、As4、Ni8 | 0.96 |
| Bi | Ag2.4、Sb20、Cu20、Se4、Te4、Pb36、Sn16、As4、Ni8 | 1.00 |
| Se | Ag2.4、Sb20、Bi20、Cu20、Te4、Pb36、Sn16、As4、Ni8 | 1.03 |
| Te | Ag2.4、Sb20、Bi20、Se4、Cu20、Pb36、Sn16、As4、Ni8 | 0.99 |
| Sn | Ag2.4、Sb20、Bi20、Se4、Cu20、Pb36、Te4、As4、Ni8 | 0.97 |

实验结果表明：在±5%的误差允许范围内，上述离子加入量的条件下，共存离子对测定元素干扰小。

3.3 镍坩埚溶出镍的试验

选取四个镍坩埚，按照试验方法，加入与试验方法一致量的氢氧化钠和过氧化钠，熔融后浸出酸化，测定分取溶液中镍的含量，测定结果见表7.

表7 镍坩埚溶出镍的测定结果（单位：μg/mL）

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 坩埚序号 | 1 | 2 | 3 | 4 |
| 镍的含量 | 3.55 | 3.17 | 3.49 | 3.16 |

3.4滤纸吸附试验

3.5溶液沉淀复溶试验

选取两个试样，按试验方法溶解样品，用定量滤纸过滤，用稀盐酸充分洗涤滤纸，将待测元素洗净，再用热水洗涤滤纸至无氯离子。将滤纸和沉淀移入镍坩埚中，在105℃烘箱中烘干后移入马弗炉中，升温至500℃灰化，冷却。按本试验方法再次分解沉淀，并对沉淀中各元素进行测定，结果见表9。

表9沉淀中各元素含量/%

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | Cu | Sb | Bi | Se | Te | Sn |
| ICP04 | 0.023 | 0.022 | 0.047 | 0.020 | 0.023 | 0.036 |
| ICP06 | 0.031 | 0.048 | 0.022 | 0.014 | 0.018 | 0.044 |

由表9可见，沉淀经二次溶解后，各元素的含量占样品中各元素含量的1%以下，因此沉淀夹杂可忽略不计。

4 样品分析

4.1方法精密度

表10 样品编号及测定元素

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 名称 | 测定元素 | 名称 | 测定元素 | 名称 | 测定元素 |
| ICP00 | **铜、锑、硒、** | ICP04 | **铜、锑、铋、硒、碲锡** | ICP09 | **铜、碲** |
| ICP00 +  0.4mg锡标 | **锡** | ICP05 | **铋** | ICP08+  5.0 mg锡标 | **锡** |
| ICP01 | **铜、硒、碲** | ICP06 | **铜、铋、硒** | ICP10 | **锑、锡** |
| ICP02 | **铜、铋、碲** | ICP08 | **硒、锡** |  |  |

表11 实际样品各元素含量/%

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素及  样品 | | 测定样品含量% | | | | | | | 平均值 | SD% | RSD% |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Cu | ICP00 | 0.11 | 0.11 | 0.11 | 0.095 | 0.11 | 0.11 | 0.088 | 0.10 | 0.00925 | 8.834 |
| ICP09 | 0.63 | 0.58 | 0.57 | 0.64 | 0.61 | 0.55 | 0.57 | 0.59 | 0.0340 | 5.738 |
| ICP06 | 1.19 | 1.25 | 1.15 | 1.16 | 1.14 | 1.15 | 1.13 | 1.17 | 0.0411 | 3.523 |
| ICP04 | 1.75 | 1.68 | 1.55 | 1.55 | 1.66 | 1.66 | 1.59 | 1.63 | 0.0471 | 4.536 |
| ICP02 | 4.77 | 4.66 | 4.75 | 4.67 | 4.74 | 4.77 | 4.68 | 4.72 | 0.0483 | 1.023 |
| Sb | ICP00 | 0.20 | 0.19 | 0.21 | 0.20 | 0.19 | 0.19 | 0.21 | 0.20 | 0.0089 | 4.531 |
| ICP11 | 0.84 | 0.76 | 0.85 | 1.00 | 0.95 | 0.88 | 0.92 | 0.89 | 0.0791 | 8.934 |
| ICP04 | 2.57 | 2.61 | 2.46 | 2.56 | 2.56 | 2.56 | 2.60 | 2.56 | 0.0486 | 1.900 |
| ICP10 | 4.99 | 4.98 | 4.95 | 4.79 | 4.76 | 4.91 | 4.86 | 4.89 | 0.0912 | 1.864 |
| Bi | ICP11 | 0.16 | 0.16 | 0.19 | 0.20 | 0.18 | 0.18 | 0.17 | 0.18 | 0.0150 | 8.445 |
| ICP05 | 0.99 | 1.01 | 1.05 | 1.04 | 1.04 | 1.05 | 1.01 | 1.03 | 0.0236 | 2.298 |
| ICP02 | 1.76 | 1.84 | 1.82 | 1.79 | 1.88 | 1.79 | 1.79 | 1.81 | 0.04 | 2.210 |
| ICP06 | 2.91 | 2.94 | 2.91 | 3.01 | 2.88 | 2.92 | 3.02 | 2.94 | 0.0534 | 1.814 |
| ICP04 | 4.57 | 4.67 | 4.71 | 4.77 | 4.72 | 4.70 | 4.93 | 4.72 | 0.110 | 2.318 |
| Se | ICP00 | 0.027 | 0.028 | 0.028 | 0.023 | 0.025 | 0.025 | 0.026 | 0.026 | 0.0018 | 7.022 |
| ICP08 | 0.45 | 0.43 | 0.42 | 0.42 | 0.43 | 0.47 | 0.45 | 0.44 | 0.0186 | 4.251 |
| ICP06 | 0.73 | 0.74 | 0.71 | 0.75 | 0.72 | 0.74 | 0.73 | 0.73 | 0.0135 | 1.839 |
| ICP04 | 1.46 | 1.52 | 1.59 | 1.52 | 1.47 | 1.51 | 1.50 | 1.51 | 0.0424 | 2.810 |
| ICP01 | 3.86 | 3.71 | 4.12 | 3.86 | 3.92 | 3.85 | 3.88 | 3.89 | 0.122 | 3.144 |
| Te | ICP11 | 0.096 | 0.095 | 0.11 | 0.12 | 0.11 | 0.12 | 0.11 | 0.109 | 0.01008 | 9.270 |
| ICP02 | 0.52 | 0.56 | 0.51 | 0.57 | 0.52 | 0.55 | 0.55 | 0.54 | 0.0231 | 4.277 |
| ICP09 | 1.03 | 1.05 | 1.02 | 0.93 | 1.03 | 1.00 | 0.99 | 1.01 | 0.0395 | 3.918 |
| ICP04 | 1.67 | 1.79 | 1.70 | 1.75 | 1.72 | 1.80 | 1.80 | 1.75 | 0.0522 | 2.987 |
| ICP01 | 4.80 | 4.92 | 4.84 | 4.93 | 4.82 | 4.84 | 4.94 | 4.87 | 0.0580 | 1.191 |
| Sn | ICP00+0.4mgSn | 0.15 | 0.14 | 0.15 | 0.15 | 0.16 | 0.14 | 0.16 | 0.15 | 0.00816 | 5.443 |
| ICP08 | 0.51 | 0.53 | 0.50 | 0.47 | 0.47 | 0.49 | 0.52 | 0.50 | 0.0234 | 4.694 |
| ICP08+5mgSn | 1.76 | 1.78 | 1.71 | 1.77 | 1.74 | 1.70 | 1.75 | 1.74 | 0.0299 | 1.715 |
| ICP04 | 4.31 | 4.10 | 4.26 | 4.07 | 4.04 | 4.12 | 4.03 | 4.13 | 0.110 | 2.650 |
| ICP10 | 5.43 | 5.13 | 5.29 | 5.24 | 5.13 | 5.32 | 5.29 | 5.26 | 0.107 | 2.031 |

**4.2 回收率试验**

选取试样，加入一定量的标准溶液，按照本标准所规定处理样品，进行加标回收实验，分析结果见表12。

表12 加标回收试验

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 样品编号 | 含量/mg | 加入量/mg | 测得量/mg | 回收率/% |
| Cu | ICP08 | 0.164 | 0.100 | 0.261 | 97.00 |
| 0.200 | 0.364 | 100.00 |
| Sb | ICP08 | 9.76 | 10.00 | 19.58 | 98.20 |
| 20.00 | 29.86 | 100.50 |
| Bi | ICP01 | 1.76 | 1.00 | 2.71 | 95.00 |
| 2.00 | 3.83 | 103.50 |
| Se | ICP08 | 1.80 | 1.00 | 2.78 | 98.20 |
| 2.00 | 3.85 | 102.65 |
| Te | ICP08 | 3.68 | 2.00 | 5.60 | 96.00 |
| 4.00 | 7.81 | 103.25 |
| Sn | ICP08 | 2.08 | 2.00 | 4.01 | 96.50 |
| 3.00 | 5.20 | 104.00 |

由表12可见，加标回收率介于 95.00%～104.00%之间，表明该方法的回收效果较好。

5. 研究结论

试料于马弗炉中，高温碱溶，用水浸取熔融物后，盐酸酸化，ICP-AES法同时测定铜阳极泥分银渣中的铜、銻、铋、硒、碲、锡的含量。该方法操作简便、快速、准确，回收率为95.00%～104.00% 之间，相对标准偏差（RSD）为 1.715%～9.270%， 用于铜阳极泥分银渣产品分析，结果满意。

附件2：

**铜阳极泥分银渣化学分析方法**

**第5部 分：铜量、锑量、铋量、硒量、碲量和锡量的测定**

**电感耦合等离子体原子发射光谱法**

精密度试验数据处理

1 背景

为了确定《铜阳极泥分银渣化学分析方法 第5部 分：铜量、锑量、铋量、硒量、碲量和锡量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》中铜量、锑量、铋量、硒量、碲量和锡量测定方法的重复性与再现性，10个实验室对5个水平的铜阳极泥分银渣样品进行了协同试验。根据国家标准GB/T 6379.2-2004确定标准测量方法的重复性和再现性的基本方法（ISO 5725-2：1994，IDT）的规定，对收到的全部数据进行了统计分析。

2 各实验室实验数据

2.1各实验室提供的铜含量实验数据

表1 各实验室提供的铜含量实验数据（%）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室 | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 |
| 1中金岭南 | 0.11 | 0.63 | 1.19 | 1.75 | 4.77 |
| 0.11 | 0.58 | 1.25 | 1.68 | 4.66 |
| 0.11 | 0.57 | 1.15 | 1.55 | 4.75 |
| 0.095 | 0.64 | 1.16 | 1.55 | 4.67 |
| 0.11 | 0.61 | 1.14 | 1.66 | 4.74 |
| 0.11 | 0.55 | 1.15 | 1.66 | 4.77 |
| 0.088 | 0.57 | 1.13 | 1.59 | 4.68 |
| **平均值** | **0.10** | **0.59** | **1.17** | **1.63** | **4.72** |
| 2韶关质计所 | 0.097 | 0.59 | 1.19 | 1.61 | 4.81 |
| 0.094 | 0.61 | 1.22 | 1.55 | 4.68 |
| 0.098 | 0.62 | 1.21 | 1.62 | 4.72 |
| 0.092 | 0.59 | 1.18 | 1.6 | 4.76 |
| 0.101 | 0.61 | 1.19 | 1.58 | 4.61 |
| 0.1 | 0.6 | 1.17 | 1.59 | 4.78 |
| 0.096 | 0.62 | 1.15 | 1.55 | 4.69 |
| **平均值** | 0.0969 | 0.606 | 1.187 | 1.586 | 4.721 |
| 3中条山有色 | 0.065 | 0.510 | 0.874 | 1.23 | 4 .38 |
| 0.065 | 0.521 | 0.908 | 1.33 | 4.36 |
| 0.063 | 0.538 | 0.915 | 1.35 | 4.39 |
| 0.056 | 0.539 | 0.961 | 1.34 | 4.40 |
| 0.056 | 0.512 | 0.971 | 1.36 | 4.35 |
| 0.062 | 0.587 | 0.957 | 1.29 | 4.32 |
| 0.063 | 0.578 | 0.967 | 1.28 | 4.33 |
| **平均值** | **0.061** | **0.540** | **0.936** | **1.311** | **4.36** |
| 4大冶有色 | 0.11 | 0.635 | 1.131 | 1.661 | 4.747 |
| 0.133 | 0.666 | 1.222 | 1.701 | 4.79 |
| 0.125 | 0.65 | 1.18 | 1.736 | 4.706 |
| 0.13 | 0.648 | 1.152 | 1.781 | 4.721 |
| 0.132 | 0.632 | 1.205 | 1.819 | 4.7 |
| 0.128 | 0.661 | 1.213 | 1.845 | 4.705 |
| 0.119 | 0.654 | 1.186 | 1.738 | 4.76 |
| **平均值** | **0.13** | **0.65** | **1.18** | **1.75** | **4.73** |
| 5河南中原黄金 |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
| **平均值** |  |  |  |  |  |
| 6北矿检测 | 0.0976 | 0.586 | 1.207 | 1.713 | 4.742 |
| 0.0905 | 0.601 | 1.172 | 1.712 | 4.794 |
| 0.0982 | 0.569 | 1.159 | 1.643 | 4.745 |
| 0.0968 | 0.574 | 1.169 | 1.652 | 4.755 |
| 0.0879 | 0.556 | 1.080 | 1.706 | 4.761 |
| 0.0887 | 0.576 | 1.117 | 1.725 | 4.643 |
| 0.0837 | 0.584 | 1.170 | 1.699 | 4.685 |
| **平均值** | **0.0919** | **0.578** | **1.153** | **1.693** | **4.732** |
| 7紫金矿冶 | 0.10 | 0.54 | 1.12 | 1.66 | 4.43 |
| 0.09 | 0.60 | 1.13 | 1.61 | 4.59 |
| 0.10 | 0.57 | 1.11 | 1.68 | 4.56 |
| 0.14 | 0.64 | 1.19 | 1.65 | 4.65 |
| 0.11 | 0.60 | 1.15 | 1.68 | 4.44 |
| 0.09 | 0.57 | 1.16 | 1.64 | 4.65 |
| 0.12 | 0.60 | 1.23 | 1.62 | 4.49 |
| **平均值** | **0.11** | **0.59** | **1.16** | **1.65** | **4.54** |
| 8浙江富冶 |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
| **平均值** |  |  |  |  |  |
| 9郴州金贵银业 | 0.11 | 0.63 | 1.17 | 1.71 | 4.86 |
| 0.090 | 0.62 | 1.15 | 1.65 | 4.85 |
| 0.085 | 0.61 | 1.19 | 1.68 | 4.83 |
| 0.10 | 0.59 | 1.16 | 1.68 | 4.79 |
| 0.090 | 0.58 | 1.15 | 1.67 | 4.87 |
| 0.089 | 0.59 | 1.14 | 1.69 | 4.81 |
| 0.11 | 0.30 | 1.14 | 1.66 | 4.78 |
| **平均值** | **0.10** | **0.60** | **1.15** | **1.68** | **4.83** |
| 10江西铜业 | 0.085 | 0.56 | 1.19 | 1.63 | 4.894.83 |
| 0.069 | 0.56 | 1.16 | 1.70 | 4.54 |
| 0.065 | 0.55 | 1.17 | 1.68 | 4.66 |
| 0.091 | 0.56 | 1.20 | 1.68 | 4.36 |
| 0.086 | 0.57 | 1.19 | 1.67 | 4.49 |
| 0.11 | 0.57 | 1.20 | 1.71 | 4.60 |
| 0.093 | 0.59 | 1.18 | 1.52 | 4.72 |
| **平均值** | **0.086** | **0.57** | **1.18** | **1.66** | **4.61** |

2.2各实验室提供的锑含量实验数据

表2 各实验室提供的锑含量实验数据（%）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室 | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 |
| 1中金岭南 | 0.20 | 0.84 | 2.57 | 4.99 |  |
| 0.19 | 0.76 | 2.61 | 4.98 |  |
| 0.20 | 0.85 | 2.46 | 4.95 |  |
| 0.21 | 1.00 | 2.56 | 4.79 |  |
| 0.19 | 0.95 | 2.56 | 4.76 |  |
| 0.19 | 0.88 | 2.56 | 4.91 |  |
| 0.21 | 0.92 | 2.60 | 4.86 |  |
| **平均值** | **0.20** | **0.89** | **2.56** | **4.89** |  |
| 2韶关质计所 | 0.21 | 0.79 | 2.48 | 4.9 |  |
| 0.19 | 0.85 | 2.51 | 4.82 |  |
| 0.21 | 0.81 | 2.49 | 4.78 |  |
| 0.2 | 0.77 | 2.58 | 4.91 |  |
| 0.19 | 0.78 | 2.54 | 4.92 |  |
| 0.21 | 0.82 | 2.61 | 4.89 |  |
| 0.2 | 0.84 | 2.52 | 4.95 |  |
| **平均值** | 0.201 | 0.809 | 2.533 | 4.881 |  |
| 3中条山有色 | 0.194 | 0.731 | 2.11 | 4.00 |  |
| 0.193 | 0.734 | 2.19 | 4.09 |  |
| 0.198 | 0.760 | 2.07 | 4.07 |  |
| 0.199 | 0.742 | 2.20 | 4.12 |  |
| 0.199 | 0.760 | 0.10 | 4.11 |  |
| 0.188 | 0.723 | 2.05 | 4.08 |  |
| 0.187 | 0.716 | 2.10 | 4.12 |  |
| **平均值** | **0.194** | **0.738** | **2.12** | **4.08** |  |
| 4大冶有色 | 0.17 | 0.766 | 2.647 | 4.808 |  |
| 0.165 | 0.763 | 2.616 | 4.945 |  |
| 0.162 | 0.762 | 2.58 | 4.985 |  |
| 0.168 | 0.76 | 2.594 | 5.019 |  |
| 0.172 | 0.758 | 2.628 | 4.892 |  |
| 0.166 | 0.769 | 2.67 | 4.905 |  |
| 0.164 | 0.75 | 2.62 | 4.876 |  |
| **平均值** | **0.17** | **0.76** | **2.62** | **4.92** |  |
| 5河南中原黄金 |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
| **平均值** |  |  |  |  |  |
| 6北矿检测 | 0.148 | 0.969 | 2.545 | 4.682 |  |
| 0.161 | 0.963 | 2.545 | 4.788 |  |
| 0.135 | 0.956 | 2.361 | 4.668 |  |
| 0.144 | 0.957 | 2.334 | 4.730 |  |
| 0.148 | 0.918 | 0.376 | 4.540 |  |
| 0.128 | 0.895 | 2.378 | 4.663 |  |
| 0.155 | 0.880 | 2.359 | 4.758 |  |
| **平均值** | **0.146** | **0.934** | **2.414** | **4.690** |  |
| 7紫金矿冶 | 0.17 | 0.90 | 2.51 | 5.04 |  |
| 0.16 | 0.95 | 2.61 | 4.87 |  |
| 0.16 | 0.97 | 2.56 | 4.97 |  |
| 0.21 | 1.01 | 2.49 | 5.00 |  |
| 0.22 | 0.93 | 2.55 | 4.83 |  |
| 0.15 | 0.88 | 2.57 | 4.61 |  |
| 0.23 | 1.00 | 2.64 | 4.85 |  |
| **平均值** | **0.18** | **0.95** | **2.56** | **4.88** |  |
| 8浙江富冶 |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
| **平均值** |  |  |  |  |  |
| 9郴州金贵银业 | 0.18 | 0.92 | 2.49 | 4.63 |  |
| 0.16 | 0.95 | 2.51 | 4.71 |  |
| 0.17 | 0.93 | 2.53 | 4.69 |  |
| 0.18 | 0.91 | 2.54 | 4.65 |  |
| 0.17 | 0.92 | 2.51 | 4.68 |  |
| 0.16 | 0.93 | 2.48 | 4.69 |  |
| 0.19 | 0.94 | 2.53 | 4.7 |  |
| **平均值** | **0.17** | **0.93** | **2.51** | **4.68** |  |
| 10江西铜业 | 0.17 | 0.74 | 2.53 | 4.63 |  |
| 0.14 | 0.92 | 2.45 | 4.66 |  |
| 0.22 | 0.85 | 2.39 | 4.60 |  |
| 0.16 | 0.87 | 2.37 | 4.45 |  |
| 0.12 | 0.80 | 2.61 | 4.30 |  |
| 0.20 | 1.01 | 2.51 | 4.76 |  |
| 0.16 | 1.00 | 2.54 | 4.87 |  |
| **平均值** | **0.17** | **0.88** | **2.49** | **4.61** |  |

2.3各实验室提供的铋含量实验数据

表3 各实验室提供的铋含量实验数据（%）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室 | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 |
| 1中金岭南 | 0.16 | 0.99 | 1.76 | 2.91 | 4.57 |
| 0.16 | 1.01 | 1.84 | 2.94 | 4.67 |
| 0.19 | 1.05 | 1.82 | 2.91 | 4.71 |
| 0.20 | 1.04 | 1.79 | 3.01 | 4.77 |
| 0.18 | 1.04 | 1.88 | 2.88 | 4.72 |
| 0.18 | 1.05 | 1.79 | 2.92 | 4.70 |
| 0.17 | 1.01 | 1.79 | 3.02 | 4.93 |
| **平均值** | **0.18** | **1.03** | **1.81** | **2.94** | **4.72** |
| 2韶关质计所 | 0.19 | 1.12 | 1.8 | 2.83 | 4.65 |
| 0.18 | 1.12 | 1.83 | 2.88 | 4.64 |
| 0.2 | 1.03 | 1.8 | 2.85 | 4.71 |
| 0.19 | 1.02 | 1.75 | 2.9 | 4.68 |
| 0.2 | 1.09 | 1.8 | 2.89 | 4.59 |
| 0.19 | 1.08 | 1.82 | 2.91 | 4.69 |
| 0.18 | 1.09 | 1.85 | 2.85 | 4.82 |
| **平均值** | **0.1901** | **1.079** | **1.807** | **2.873** | **4.683** |
| 3中条山有色 | 0.150 | 1.04 | 1.65 | 2.59 | 4.02 |
| 0.181 | 0.950 | 1.68 | 2.66 | 4.12 |
| 0.182 | 0.954 | 1.70 | 2.21 | 4.15 |
| 0.165 | 0.950 | 1.71 | 2.33 | 4.13 |
| 0.172 | 0.953 | 1.68 | 2.30 | 4.14 |
| 0.160 | 0.958 | 1.67 | 2.29 | 4.15 |
| 0.175 | 0.995 | 1.71 | 2.33 | 4.09 |
| **平均值** | **0.169** | **0.971** | **1.69** | **2.39** | **4.11** |
| 4大冶有色 | 0.161 | 1.013 | 1.879 | 2.87 | 5.079 |
| 0.165 | 1.02 | 1.83 | 2.944 | 5.039 |
| 0.162 | 1.023 | 1.874 | 2.905 | 5.113 |
| 0.168 | 0.998 | 1.881 | 2.937 | 5.117 |
| 0.165 | 1.005 | 1.824 | 2.915 | 4.81 |
| 0.164 | 1.006 | 1.833 | 2.895 | 4.8 |
| 0.163 | 1.012 | 1.807 | 2.922 | 4.95 |
| **平均值** | **0.16** | **1.01** | **1.85** | **2.91** | **4.99** |
| 5河南中原黄金 |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
| **平均值** |  |  |  |  |  |
| 6北矿检测 | 0.200 | 1.027 | 1.816 | 3.039 | 4.863 |
| 0.182 | 1.045 | 1.732 | 2.931 | 4.800 |
| 0.195 | 0.993 | 1.683 | 2.781 | 4.613 |
| 0.183 | 0.951 | 1.661 | 2.767 | 4.648 |
| 0.186 | 1.059 | 1.687 | 2.895 | 4.736 |
| 0.187 | 1.029 | 1.653 | 2.881 | 4.862 |
| 0.197 | 1.069 | 1.695 | 2.895 | 4.696 |
| **平均值** | **0.190** | **1.025** | **1.704** | **2.884** | **4.745** |
| 7紫金矿冶 | 0.18 | 1.03 | 1.71 | 2.86 | 4.83 |
| 0.16 | 0.96 | 1.68 | 2.96 | 4.63 |
| 0.19 | 0.98 | 1.70 | 3.02 | 4.86 |
| 0.20 | 1.05 | 1.78 | 3.00 | 4.75 |
| 0.23 | 1.08 | 1.76 | 3.00 | 4.83 |
| 0.15 | 1.02 | 1.77 | 3.04 | 4.66 |
| 0.15 | 1.04 | 1.79 | 2.97 | 4.76 |
| **平均值** | **0.18** | **1.02** | **1.74** | **2.98** | **4.76** |
| 8浙江富冶 |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
| **平均值** |  |  |  |  |  |
| 9郴州金贵银业 | 0.16 | 1.06 | 1.87 | 2.89 | 4.81 |
| 0.15 | 1.08 | 1.88 | 2.92 | 4.83 |
| 0.17 | 1.11 | 1.86 | 2.93 | 4.83 |
| 0.16 | 1.09 | 1.85 | 2.92 | 4.79 |
| 0.15 | 1.07 | 1.84 | 2.89 | 4.87 |
| 0.15 | 1.08 | 1.86 | 2.91 | 4.81 |
| 0.16 | 1.06 | 1.86 | 2.94 | 4.78 |
| **平均值** | **0.16** | **1.08** | **1.86** | **2.91** | **4.82** |
| 10江西铜业 | 0.12 | 1.03 | 1.84 | 3.00 | 4.68 |
| 0.14 | 1.01 | 1.81 | 2.88 | 4.61 |
| 0.16 | 1.02 | 1.79 | 2.93 | 4.71 |
| 0.16 | 1.08 | 1.72 | 2.83 | 4.71 |
| 0.15 | 0.96 | 1.72 | 2.80 | 4.80 |
| 0.18 | 1.02 | 1.80 | 2.94 | 4.78 |
| 0.13 | 1.04 | 1.84 | 2.83 | 4.57 |
| **平均值** | **0.15** | **1.02** | **1.79** | **2.89** | **4.69** |

2.4各实验室提供的硒含量实验数据

表4 各实验室提供的硒含量实验数据（%）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室 | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 |
| 1中金岭南 | 0.027 | 0.45 | 0.73 | 1.46 | 3.86 |
| 0.028 | 0.43 | 0.74 | 1.52 | 3.71 |
| 0.028 | 0.42 | 0.71 | 1.59 | 4.12 |
| 0.023 | 0.42 | 0.75 | 1.52 | 3.86 |
| 0.025 | 0.43 | 0.72 | 1.47 | 3.92 |
| 0.025 | 0.47 | 0.74 | 1.51 | 3.85 |
| 0.023 | 0.45 | 0.73 | 1.50 | 3.88 |
| **平均值** | **0.026** | **0.44** | **0.73** | **1.51** | **3.89** |
| 2韶关质计所 | 0.021 | 0.47 | 0.72 | 1.45 | 3.79 |
| 0.02 | 0.44 | 0.75 | 1.39 | 3.82 |
| 0.021 | 0.49 | 0.73 | 1.41 | 3.79 |
| 0.019 | 0.48 | 0.75 | 1.4 | 3.78 |
| 0.021 | 0.47 | 0.75 | 1.42 | 3.81 |
| 0.02 | 0.46 | 0.74 | 1.43 | 3.82 |
| 0.019 | 0.43 | 0.76 | 1.41 | 3.85 |
| **平均值** | 0.0201 | 0.4629 | 0.7429 | 1.416 | 3.809 |
| 3中条山有色 | 0.020 | 0.431 | 0.707 | 1.36 | 3.59 |
| 0.021 | 0.402 | 0.685 | 1.41 | 3.63 |
| 0.017 | 0.445 | 0.766 | 1.38 | 3.63 |
| 0.022 | 0.441 | 0.808 | 1.40 | 3.65 |
| 0.018 | 0.422 | 0.821 | 1.32 | 3.59 |
| 0.018 | 0.425 | 0.830 | 1.34 | 3.61 |
| 0.021 | 0.406 | 0.787 | 1.32 | 3.62 |
| **平均值** | **0.020** | **0.425** | **0.772** | **1.36** | **3.62** |
| 4大冶有色 | 0.021 | 0.444 | 0.748 | 1.501 | 4.144 |
| 0.021 | 0.478 | 0.783 | 1.597 | 4.157 |
| 0.022 | 0.477 | 0.76 | 1.5 | 4.044 |
| 0.025 | 0.464 | 0.77 | 1.56 | 4 |
| 0.028 | 0.461 | 0.75 | 1.578 | 4.068 |
| 0.024 | 0.489 | 0.768 | 1.582 | 4.07 |
| 0.021 | 0.472 | 0.774 | 1.574 | 4.063 |
| **平均值** | **0.023** | **0.47** | **0.76** | **1.56** | **4.08** |
| 5河南中原黄金 |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
| **平均值** |  |  |  |  |  |
| 6北矿检测 | 0.0349 | 0.501 | 0.883 | 1.644 | 3.944 |
| 0.0379 | 0.536 | 0.805 | 1.689 | 4.008 |
| 0.0365 | 0.525 | 0.848 | 1.653 | 4.065 |
| 0.0357 | 0.510 | 0.808 | 1.688 | 4.064 |
| 0.0384 | 0.499 | 0.806 | 1.583 | 4.082 |
| 0.0326 | 0.499 | 0.853 | 1.629 | 4.058 |
| 0.0325 | 0.502 | 0.825 | 1.600 | 4.035 |
| **平均值** | **0.0355** | **0.510** | **0.833** | **1.641** | **4.037** |
| 7紫金矿冶 | 0.029 | 0.43 | 0.79 | 1.58 | 4.36 |
| 0.021 | 0.45 | 0.80 | 1.70 | 4.17 |
| 0.024 | 0.43 | 0.79 | 1.55 | 4.16 |
| 0.025 | 0.45 | 0.73 | 1.56 | 4.20 |
| 0.026 | 0.44 | 0.73 | 1.51 | 4.08 |
| 0.020 | 0.45 | 0.78 | 1.61 | 4.43 |
| 0.025 | 0.44 | 0.71 | 1.60 | 4.26 |
| **平均值** | **0.020** | **0.44** | **0.76** | **1.59** | **4.24** |
| 8浙江富冶 |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
| **平均值** |  |  |  |  |  |
| 9郴州金贵银业 | 0.02 | 0.45 | 0.76 | 1.61 | 3.91 |
| 0.02 | 0.46 | 0.76 | 1.58 | 3.88 |
| 0.02 | 0.47 | 0.77 | 1.55 | 3.87 |
| 0.02 | 0.45 | 0.78 | 1.57 | 3.86 |
| 0.02 | 0.46 | 0.77 | 1.54 | 3.88 |
| 0.02 | 0.46 | 0.75 | 1.55 | 3.91 |
| 0.02 | 0.46 | 0.76 | 1.57 | 3.84 |
| **平均值** | **0.02** | **0.46** | **0.76** | **1.57** | **3.88** |
| 10江西铜业 | 0.013 | 0.42 | 0.79 | 1.54 | 4.35 |
| 0.020 | 0.44 | 0.74 | 1.58 | 4.26 |
| 0.011 | 0.43 | 0.70 | 1.67 | 4.24 |
| 0.029 | 0.42 | 0.71 | 1.68 | 4.18 |
| 0.033 | 0.43 | 0.73 | 1.55 | 4.05 |
| 0.026 | 0.44 | 0.77 | 1.64 | 4.11 |
| 0.032 | 0.44 | 0.76 | 1.41 | 4.13 |
| **平均值** | **0.023** | **0.43** | **0.74** | **1.58** | **4.19** |

2.5各实验室提供的碲含量实验数据

表5 各实验室提供的碲含量实验数据（%）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室 | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 |
| 1中金岭南 | 0.096 | 0.52 | 1.03 | 1.67 | 4.80 |
| 0.095 | 0.56 | 1.05 | 1.79 | 4.92 |
| 0.11 | 0.51 | 1.02 | 1.70 | 4.84 |
| 0.12 | 0.57 | 0.93 | 1.75 | 4.93 |
| 0.11 | 0.52 | 1.03 | 1.72 | 4.82 |
| 0.12 | 0.55 | 1.00 | 1.80 | 4.84 |
| 0.12 | 0.55 | 0.99 | 1.80 | 4.94 |
| **平均值** | **0.11** | **0.54** | **1.01** | **1.75** | **4.87** |
| 2韶关质检所 | 0.102 | 0.56 | 1.06 | 1.6 | 4.85 |
| 0.109 | 0.58 | 1.08 | 1.59 | 4.77 |
| 0.106 | 0.56 | 1.05 | 1.62 | 4.78 |
| 0.111 | 0.57 | 1.07 | 1.58 | 4.8 |
| 0.108 | 0.59 | 1.02 | 1.57 | 4.79 |
| 0.114 | 0.54 | 1.09 | 1.61 | 4.78 |
| 0.107 | 0.57 | 1.1 | 1.63 | 4.92 |
| **平均值** | 0.1081 | 0.5671 | 1.067 | 1.601 | 4.813 |
| 3中条山有色 | 0.093 | 0.481 | 0.985 | 1.46 | 4.52 |
| 0.104 | 0.488 | 0.971 | 1.51 | 4.53 |
| 0.108 | 0.485 | 0.971 | 1.41 | 4.55 |
| 0.095 | 0.490 | 0.987 | 1.53 | 4.6 |
| 0.106 | 0.491 | 0.977 | 1.45 | 4.61 |
| 0.103 | 0.501 | 0.980 | 1.40 | 4.59 |
| 0.099 | 0.498 | 0.981 | 1.42 | 4.58 |
| **平均值** | **0.101** | **0.491** | **0.979** | **1.45** | **4.57** |
| 4大冶有色 | 0.156 | 0.543 | 0.941 | 1.836 | 4.85 |
| 0.134 | 0.578 | 1.09 | 1.875 | 4.77 |
| 0.15 | 0.544 | 1.05 | 1.737 | 4.79 |
| 0.144 | 0.56 | 0.98 | 1.801 | 4.862 |
| 0.148 | 0.553 | 0.99 | 1.992 | 4.902 |
| 0.1 | 0.568 | 0.958 | 1.976 | 4.786 |
| 0.14 | 0.569 | 0.982 | 1.825 | 4.808 |
| **平均值** | **0.15** | **0.56** | **1** | **1.86** | **4.82** |
| 5河南中原黄金 |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
| **平均值** |  |  |  |  |  |
| 6北矿检测 | 0.0966 | 0.538 | 1.090 | 1.880 | 4.964 |
| 0.0961 | 0.539 | 1.036 | 1.872 | 4.930 |
| 0.0846 | 0.525 | 1.028 | 1.766 | 4.674 |
| 0.0971 | 0.513 | 1.032 | 1.703 | 4.595 |
| 0.0998 | 0.511 | 1.006 | 1.721 | 4.536 |
| 0.0978 | 0.547 | 1.017 | 1.731 | 4.791 |
| 0.0868 | 0.554 | 1.024 | 1.799 | 4.636 |
| **平均值** | **0.0941** | **0.532** | **1.033** | **1.782** | **4.732** |
| 7紫金矿冶 | 0.098 | 0.48 | 1.09 | 1.79 | 5.03 |
| 0.080 | 0.48 | 0.95 | 1.62 | 4.66 |
| 0.100 | 0.53 | 0.97 | 1.67 | 4.85 |
| 0.120 | 0.48 | 0.99 | 1.65 | 5.08 |
| 0.090 | 0.48 | 1.01 | 1.78 | 4.98 |
| 0.14 | 0.48 | 0.90 | 1.82 | 5.05 |
| 0.10 | 0.48 | 1.00 | 1.85 | 5.05 |
| **平均值** | **0.10** | **0.49** | **0.99** | **1.74** | **4.96** |
| 8浙江富冶 |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
| **平均值** |  |  |  |  |  |
| 9郴州金贵银业 | 0.09 | 0.53 | 1.07 | 1.88 | 5.03 |
| 0.08 | 0.52 | 1.11 | 1.79 | 4.97 |
| 0.08 | 0.55 | 1.08 | 1.76 | 4.96 |
| 0.09 | 0.54 | 1.06 | 1.77 | 4.95 |
| 0.09 | 0.52 | 1.09 | 1.75 | 4.94 |
| 0.08 | 0.52 | 1.05 | 1.8 | 4.92 |
| 0.08 | 0.51 | 1.09 | 1.81 | 4.99 |
| **平均值** | **0.08** | **0.53** | **1.08** | **1.79** | **4.97** |
| 10江西铜业 | 0.11 | 0.58 | 1.02 | 1.77 | 4.62 |
| 0.11 | 0.55 | 1.03 | 1.76 | 4.73 |
| 0.11 | 0.55 | 1.02 | 1.78 | 4.96 |
| 0.12 | 0.52 | 0.99 | 1.73 | 4.48 |
| 0.14 | 0.49 | 0.97 | 1.95 | 4.91 |
| 0.16 | 0.54 | 0.98 | 1.92 | 4.41 |
| 0.12 | 0.60 | 1.02 | 1.67 | 4.66 |
| **平均值** | **0.12** | **0.55** | **1.00** | **1.80** | **4.68** |

2.6各实验室提供的锡含量实验数据

表6 各实验室提供的锡含量实验数据（%）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室 | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 |
| 1中金岭南 | 0.15 | 0.51 | 1.76 | 4.31 | 5.43 |
| 0.14 | 0.53 | 1.78 | 4.10 | 5.13 |
| 0.15 | 0.50 | 1.71 | 4.26 | 5.29 |
| 0.15 | 0.47 | 1.77 | 4.07 | 5.24 |
| 0.16 | 0.47 | 1.74 | 4.04 | 5.13 |
| 0.14 | 0.49 | 1.70 | 4.12 | 5.32 |
| 0.16 | 0.52 | 1.75 | 4.03 | 5.29 |
| **平均值** | **0.15** | **0.50** | **1.74** | **4.13** | **5.26** |
| 2韶关质检所 | 0.17 | 0.556 | 1.68 | 3.94 | 5.49 |
| 0.162 | 0.525 | 1.75 | 4.02 | 5.52 |
| 0.165 | 0.534 | 1.71 | 4.06 | 5.47 |
| 0.16 | 0.52 | 1.69 | 4.01 | 5.41 |
| 0.149 | 0.516 | 1.71 | 4.09 | 5.4 |
| 0.155 | 0.524 | 1.65 | 3.96 | 5.48 |
| 0.162 | 0.528 | 1.74 | 4.06 | 5.56 |
| **平均值** | **0.1604** | **0.529** | **1.704** | **4.01** | **5.489** |
| 3中条山有色 | 0.153 | 0.538 | 1.84 | 4.00 | 4.67 |
| 0.148 | 0.534 | 1.86 | 3.98 | 4.68 |
| 0.146 | 0.587 | 1.88 | 3.97 | 4.69 |
| 0.142 | 0.540 | 1.78 | 3.88 | 4.71 |
| 0.155 | 0.512 | 1.71 | 3.89 | 4.72 |
| 0.152 | 0.587 | 1.74 | 3.96 | 4.68 |
| 0.149 | 0.540 | 1.65 | 4.01 | 4.77 |
| **平均值** | **0.149** | **0.548** | **1.78** | **3.96** | **4.70** |
| 4大冶有色 | 0.147 | 0.457 | 1.658 | 4.021 | 3.875 |
| 0.158 | 0.442 | 1.654 | 3.781 | 3.951 |
| 0.152 | 0.463 | 1.623 | 3.769 | 3.897 |
| 0.149 | 0.476 | 1.592 | 3.888 | 4 |
| 0.156 | 0.458 | 1.64 | 3.822 | 3.98 |
| 0.155 | 0.466 | 1.598 | 3.75 | 3.99 |
| 0.157 | 0.459 | 1.638 | 3.78 | 4.05 |
| **平均值** | **0.15** | **0.46** | **1.63** | **3.83** | **3.96** |
| 5河南中原黄金 |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
| **平均值** |  |  |  |  |  |
| 6北矿检测 | 0.101 | 0.510 | 1.710 | 3.848 | 4.948 |
| 0.100 | 0.507 | 1.720 | 3.783 | 4.983 |
| 0.112 | 0.549 | 1.740 | 4.180 | 4.958 |
| 0.099 | 0.559 | 1.660 | 4.127 | 5.006 |
| 0.100 | 0.537 | 1.740 | 4.150 | 4.983 |
| 0.102 | 0.504 | 1.690 | 4.163 | 4.988 |
| 0.103 | 0.524 | 1.789 | 4.202 | 5.124 |
| **平均值** | **0.102** | **0.527** | **1.721** | **4.065** | **4.998** |
| 7紫金矿冶 | 0.15 | 0.50 | 1.83 | 4.26 | 5.32 |
| 0.14 | 0.50 | 1.87 | 4.61 | 5.33 |
| 0.16 | 0.50 | 1.80 | 4.36 | 5.31 |
| 0.16 | 0.51 | 1.77 | 4.29 | 5.32 |
| 0.16 | 0.52 | 1.775 | 4.28 | 5.17 |
| 0.15 | 0.49 | 1.737 | 4.15 | 5.23 |
| 0.15 | 0.49 | 1.752 | 4.10 | 5.11 |
| **平均值** | **0.15** | **0.50** | **1.79** | **4.29** | **5.26** |
| 8浙江富冶 |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
| **平均值** |  |  |  |  |  |
| 9郴州金贵银业 | 0.14 | 0.54 | 1.69 | 4.19 | 5.56 |
| 0.15 | 0.55 | 1.71 | 4.21 | 5.49 |
| 0.13 | 0.56 | 1.72 | 4.11 | 5.48 |
| 0.15 | 0.54 | 1.71 | 4.18 | 5.51 |
| 0.16 | 0.53 | 1.76 | 4.17 | 5.5 |
| 0.14 | 0.52 | 1.73 | 4.14 | 5.52 |
| 0.14 | 0.52 | 1.72 | 4.16 | 5.47 |
| **平均值** | **0.14** | **0.54** | **1.72** | **4.17** | **5.50** |
| 10江西铜业 | 0.13 | 0.46 | 1.67 | 4.24 | 5.20 |
| 0.12 | 0.49 | 1.63 | 4.43 | 5.13 |
| 0.13 | 0.57 | 1.63 | 4.31 | 5.01 |
| 0.13 | 0.52 | 1.68 | 4.18 | 5.10 |
| 0.13 | 0.48 | 1.66 | 4.44 | 4.98 |
| 0.13 | 0.45 | 1.54 | 4.40 | 5.17 |
| 0.13 | 0.44 | 1.65 | 4.17 | 5.27 |
| **平均值** | **0.13** | **0.49** | **1.64** | **4.31** | **5.12** |

2.7单元平均值的计算

由表1~6的数据，计算单元平均值如表7

表7 单元平均值

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室i | | | | 水平j | | | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | | 5 | |
| Cu | | 1 | | 0.110 | 0.593 | 1.167 | 1.634 | | 4.720 | |
| 2 | | 0.0969 | 0.606 | 1.187 | 1.586 | | 4.721 | |
| 3 | | 0.065 | 0.510 | 0.874 | 1.23 | | 4 .38 | |
| 4 | | 0.125 | 0.649 | 1.184 | 1.754 | | 4.733 | |
| 5 | |  |  |  |  | |  | |
| 6 | | 0.092 | 0.578 | 1.153 | 1.693 | | 4.732 | |
| 7 | | 0.107 | 0.589 | 1.156 | 1.649 | | 4.544 | |
| 8 | |  |  |  |  | |  | |
| 9 | | 0.096 | 0.560 | 1.157 | 1.677 | | 4.827 | |
| 10 | | 0.086 | 0.566 | 1.184 | 1.656 | | 4.562 | |
| Sb | | 1 | | 0.199 | 0.886 | 2.560 | 4.891 | |  | |
| 2 | | 0.201 | 0.809 | 2.533 | 4.881 | |  | |
| 3 | | 0.194 | 0.738 | 1.831 | 4.084 | |  | |
| 4 | | 0.167 | 0.761 | 2.622 | 4.919 | |  | |
| 5 | |  |  |  |  | |  | |
| 6 | | 0.146 | 0.934 | 2.128 | 4.690 | |  | |
| 7 | | 0.186 | 0.949 | 2.561 | 4.881 | |  | |
| 8 | |  |  |  |  | |  | |
| 9 | | 0.173 | 0.929 | 2.513 | 4.679 | |  | |
| 10 | | 0.167 | 0.884 | 2.486 | 4.610 | |  | |
| Bi | | 1 | | 0.177 | 1.027 | 1.810 | 2.941 | | 4.724 | |
| 2 | | 0.190 | 1.079 | 1.807 | 2.873 | | 4.683 | |
| 3 | | 0.169 | 0.971 | 1.686 | 2.387 | | 4.114 | |
| 4 | | 0.164 | 1.011 | 1.847 | 2.913 | | 4.987 | |
| 5 | |  |  |  |  | |  | |
| 6 | | 0.190 | 1.025 | 1.704 | 2.884 | | 4.745 | |
| 7 | | 0.180 | 1.023 | 1.741 | 2.979 | | 4.760 | |
| 8 | |  |  |  |  | |  | |
| 9 | | 0.157 | 1.079 | 1.860 | 2.914 | | 4.817 | |
| 10 | | 0.148 | 1.023 | 1.789 | | 2.887 | | 4.694 | |
| Se | | | 1 | 0.026 | 0.439 | 0.731 | | 1.510 | | 3.886 | |
| 2 | 0.020 | 0.463 | 0.743 | | 1.416 | | 3.809 | |
| 3 | 0.020 | 0.425 | 0.772 | | 1.361 | | 3.617 | |
| 4 | 0.023 | 0.469 | 0.765 | | 1.556 | | 4.078 | |
| 5 |  |  |  | |  | |  | |
| 6 | 0.036 | 0.510 | 0.833 | | 1.641 | | 4.037 | |
| 7 | 0.024 | 0.441 | 0.761 | | 1.587 | | 4.237 | |
| 8 |  |  |  | |  | |  | |
| 9 | 0.020 | 0.459 | 0.764 | | 1.567 | | 3.879 | |
| 10 | 0.0234 | 0.431 | 0.743 | | 1.581 | | 4.189 | |
| Te | | | 1 | 0.113 | 0.540 | 1.007 | | 1.747 | | 4.870 | |
| 2 | 0.108 | 0.567 | 1.067 | | 1.600 | | 4.813 | |
| 3 | 0.101 | 0.491 | 0.979 | | 1.454 | | 4.569 | |
| 4 | 0.139 | 0.559 | 0.999 | | 1.863 | | 4.824 | |
| 5 |  |  |  | |  | |  | |
| 6 | 0.094 | 0.532 | 1.033 | | 1.782 | | 4.732 | |
| 7 | 0.104 | 0.487 | 0.987 | | 1.740 | | 4.957 | |
| 8 |  |  |  | |  | |  | |
| 9 | 0.084 | 0.527 | 1.079 | | 1.794 | | 4.966 | |
| 10 | 0.124 | 0.547 | 1.004 | | 1.797 | | 4.681 | |
| Sn | | | 1 | 0.150 | 0.499 | 1.744 | | 4.133 | | 5.261 | |
| 2 | 0.160 | 0.529 | 1.704 | | 4.020 | | 5.476 | |
| 3 | 0.149 | 0.548 | 1.780 | | 3.956 | | 4.703 | |
| 4 | 0.153 | 0.460 | 1.629 | | 3.830 | | 3.963 | |
| 5 |  |  |  | |  | |  | |
| 6 | 0.102 | 0.527 | 1.721 | | 4.065 | | 4.999 | |
| 7 | 0.153 | 0.501 | 1.791 | | 4.293 | | 5.256 | |
| 8 |  |  |  | |  | |  | |
|  | 9 | | | 0.144 | 0.537 | 1.720 | 4.166 | | 5.504 | |
| 10 | | | 0.12857 | 0.48714 | 1.63714 | 4.31000 | | 5.12286 | |

2.8单元离散度的计算

表8 单元标准差

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室i | | 水平j | | | | |
| 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 |
| Cu | 1 | 0.01961 | 0.03402 | 0.04112 | 0.07413 | 0.04830 |
| 2 | 0.00318 | 0.01272 | 0.02360 | 0.02760 | 0.06817 |
| 3 | 0.00387 | 0.03082 | 0.03724 | 0.04670 | 0.03189 |
| 4 | 0.00824 | 0.01254 | 0.03311 | 0.06490 | 0.03396 |
| 5 |  |  |  |  |  |
| 6 | 0.00565 | 0.01422 | 0.04180 | 0.03207 | 0.05101 |
| 7 | 0.01799 | 0.03185 | 0.04237 | 0.02734 | 0.09271 |
| 8 |  |  |  |  |  |
| 9 | 0.01040 | 0.11605 | 0.01799 | 0.01976 | 0.03498 |
| 10 | 0.01516 | 0.01272 | 0.01512 | 0.06503 | 0.12844 |
| Sb | 1 | 0.00900 | 0.07913 | 0.04865 | 0.09118 |  |
| 2 | 0.00900 | 0.03024 | 0.04751 | 0.05984 |  |
| 3 | 0.00503 | 0.01712 | 0.76558 | 0.04198 |  |
| 4 | 0.00350 | 0.00612 | 0.03042 | 0.07086 |  |
| 5 |  |  |  |  |  |
| 6 | 0.01127 | 0.03599 | 0.77780 | 0.08125 |  |
| 7 | 0.03309 | 0.04880 | 0.05242 | 0.14404 |  |
| 8 |  |  |  |  |  |
| 9 | 0.01113 | 0.01345 | 0.02215 | 0.02854 |  |
| 10 | 0.03402 | 0.09981 | 0.08638 | 0.18921 |  |
| Bi | 1 | 0.01496 | 0.02360 | 0.04000 | 0.05336 | 0.10952 |
| 2 | 0.00816 | 0.03976 | 0.03147 | 0.02984 | 0.07204 |
| 3 | 0.01166 | 0.03416 | 0.02225 | 0.16859 | 0.04650 |
| 4 | 0.00231 | 0.00876 | 0.03034 | 0.02536 | 0.13639 |
| 5 |  |  |  |  |  |
| 6 | 0.00721 | 0.04085 | 0.05566 | 0.09200 | 0.09996 |
| 7 | 0.02944 | 0.04112 | 0.04375 | 0.05900 | 0.08832 |
| 8 |  |  |  |  |  |
| 9 | 0.00756 | 0.01773 | 0.01291 | 0.01902 | 0.02984 |
| 10 | 0.02035 | 0.03592 | 0.05047 | 0.07251 | 0.08344 |
| Se | 1 | 0.00183 | 0.01864 | 0.01345 | 0.04243 | 0.12218 |
| 2 | 0.00090 | 0.02138 | 0.01380 | 0.01988 | 0.02410 |
| 3 | 0.00190 | 0.01628 | 0.05644 | 0.03671 | 0.02215 |
| 4 | 0.00267 | 0.01453 | 0.01276 | 0.03946 | 0.05512 |
| 5 |  |  |  |  |  |
| 6 | 0.00234 | 0.01465 | 0.02979 | 0.04053 | 0.04738 |
| 7 | 0.00304 | 0.00900 | 0.03671 | 0.05992 | 0.12203 |
| 8 |  |  |  |  |  |
| 9 | 0.00000 | 0.00690 | 0.00976 | 0.02360 | 0.02545 |
| 10 | 0.00892 | 0.00900 | 0.03251 | 0.09406 | 0.10221 |
| Te | 1 | 0.01797 | 0.02309 | 0.03946 | 0.05219 | 0.05802 |
| 2 | 0.00380 | 0.01604 | 0.02690 | 0.02160 | 0.05407 |
| 3 | 0.00564 | 0.00700 | 0.00628 | 0.04995 | 0.03532 |
| 4 | 0.01854 | 0.01329 | 0.05269 | 0.09260 | 0.04826 |
| 5 |  |  |  |  |  |
| 6 | 0.00590 | 0.01655 | 0.02692 | 0.07166 | 0.16647 |
| 7 | 0.01997 | 0.01890 | 0.05851 | 0.09129 | 0.15163 |
| 8 |  |  |  |  |  |
| 9 | 0.00535 | 0.01380 | 0.02035 | 0.04353 | 0.03599 |
| 10 | 0.01902 | 0.03638 | 0.02370 | 0.10128 | 0.20440 |
| Sn | 1 | 0.00816 | 0.02340 | 0.02992 | 0.10950 | 0.10684 |
| 2 | 0.00680 | 0.01320 | 0.03457 | 0.05508 | 0.05682 |
| 3 | 0.00446 | 0.02817 | 0.08505 | 0.05127 | 0.03450 |
| 4 | 0.00420 | 0.01032 | 0.02593 | 0.09568 | 0.06083 |
| 5 |  |  |  |  |  |
| 6 | 0.00443 | 0.02174 | 0.04113 | 0.17286 | 0.05858 |
| 7 | 0.00756 | 0.01069 | 0.04650 | 0.16530 | 0.08753 |
| 8 |  |  |  |  |  |
| 9 | 0.00976 | 0.01496 | 0.02160 | 0.03309 | 0.02992 |
| 10 | 0.00378 | 0.04536 | 0.04680 | 0.11605 | 0.10291 |

附件 3

标准征求意见稿意见汇总处理表

标准项目名称：铜阳极泥分银渣化学分析方法 第5部分：铜量、锑量、铋量、硒量、碲量和锡量的测定 电感耦合等离子体光谱法

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 标准章条编号 | 意见内容 | 提出单位 | 处理意见 | 备注 |
| 1 |  | 增加锡量的测定； |  | 采纳 | （报告里锡量一直有，有些地方漏写，已补上） |
| 2 |  | 干过滤时，滤纸对待测元素是否有吸附？需要补充实验； |  | 采纳。 | 干滤时滤纸多少有吸附，所以初滤液要弃去，滤纸吸附到一定程度是会饱和的，已补充数据. |
| 3 |  | 沉淀里面是否含有待测元素，建议用标准溶液模拟样品，做回收率实验； |  | 部分采纳 | 标液模拟样品没有意义。标液模拟样品和后面的标准回收一个概念。补充沉淀复溶试验。 |
| 4 |  | 补充镍的干扰实验。 |  | 部分采纳 | （报告里有镍的干扰试验，补充坩埚溶出镍的数据） |
| 5 |  |  |  |  |  |
| 6 |  |  |  |  |  |
| 7 |  |  |  |  |  |
| 8 |  |  |  |  |  |
| 9 |  |  |  |  |  |
| 10 |  |  |  |  |  |

说明（1）发送《征求意见稿》的单位数：10

（2）收到《征求意见稿》后，回函的单位数：10

（3）收到《征求意见稿》后，回函并有建议或意见的单位数：2

（4）没有回函的单位数：0