

## 验证单位意见汇总处理表

标准项目名称：金化学分析方法 第 12 部分银、铜、铁、铅、铋、锑、镁、镍、锰、钨、铬、铂、铯、钛、锌、砷、锡、硅、钴、钙、钾、锂、钠、碲、钒、锆、镉、钼、铀、铝含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

承办人：陈祝海

标准项目负责起草单位：紫金矿业集团股份有限公司

电话：15280826127

2023 年 01 月 25 日填写

序号	试验报告 标准章节 编号	意见内容	提出单位	处理 意见
1	试验报告 2.5.3工作 曲线的绘 制	根据测定范围，最低点 0.0002% ，取 1g 样品定容至 50ml 对应测定值 0.04ug/mL,建 议添加 0.04ug/mL 标准曲线点。	深圳市中金岭南 有色金属股份有 限公司	采纳，增加 0.10ug/mL 标准曲 线点。
2	试验报告 2.5.3 工作 曲线的绘 制	实验报告文本 2.5.3 中金基体溶 液加入 50ml,混合标准溶液 A、B 最高的点取 50 ml,定容至 100 ml 容量瓶中，在实际操作中存在困 难。	大冶有色设计研 究院有限公司、紫 金铜业有限公司	采纳，增加高浓度 的中间液。
3	试验报告 2.5.3工作 曲线的绘 制	样品溶液中最高的浓度达到 12.8ug/ml，标准溶液的系列曲线 最高点是 12.5ug/mL，建议适当 调高一点。	大冶有色设计研 究院有限公司	采纳，标准曲线浓 度调整到 14ug/mL。
4	试验报告 2.5.3工作 曲线的绘 制	样品溶液中最高浓度达到 12.8 ug/ml，这个浓度，电感耦合等离 子体发射光谱仪的径向观测应 该也可以满足要求。对于轴向和 径向的选择，建议做个比对。	大冶有色设计研 究院有限公司	不采纳，仪器型号 和性能不同，根据 设备不同观测方 式的性能选择仪 器上机条件。草案 中只是做了推荐。
19	2.5.3工作 曲线的绘 制	标准溶液配置时分取液中带入 的盐酸不一致，最终标准溶液的 酸度不一致。一般标准溶液混合 母液有浓、稀两种规格，尽量不 分取太大体积。	深圳市中金岭南 有色金属股份有 限公司	采纳，增加 40ug/mL 的中间 液。
5	试验报告 2.5.4分析 结果的计 算公式	公式中试液体积和空白液体积 应该一致 ( $V_x, V_0$ 应统一为 $V$ )	深圳市中金岭南 有色金属股份有 限公司	采纳。
6	试验报告 3.1.2各杂 质元素测	由于 Cr267.7nm 处测定强度值过 高，仪器不显示数值，建议 Cr 谱线还是根据各自仪器性能，选	大冶有色设计研 究院有限公司	不采纳。仪器型号 和性能不同，根据 设备不同观测方

	定谱线的选择	择最佳谱线。		式的性能选择仪器上机条件。草案中只是做了推荐。
7	试验报告 3.2.1试样量的确定	称样量和回收率没有直接关系，和精密度有关系。一般是计算各称样量下各元素的 RSD 来选择最佳称样量。	深圳市中金岭南有色金属股份有限公司	采纳，计算成 RSD 数据。
8	试验报告 3.2.2试样介质实验	试样介质实验此步骤直接比较不同介质的强度即可。	深圳市中金岭南有色金属股份有限公司	不采纳，已换算成浓度比较，也能体现不同介质情况。
9	试验报告 3.2.2试样介质实验	表 7 结果表明：在（1+9）稀盐酸介质下，RSD 在 0.07%~4.76%。在（1+9）稀王水介质下，RSD 在 0.07%~6.44%。实际表 7 中在（1+9）稀盐酸介质下，RSD 最大为 2.55%，在（1+9）稀王水介质下，RSD 最大为 6.55%，表述有误。	北矿检测技术有限公司	采纳。
10	试验报告 3.3干扰实验	认为金锭中不太可能存在 1%锆、钒，干扰实验是否调整	深圳市中金岭南有色金属股份有限公司	不采纳，已验证无干扰。
11	试验报告 3.4杂质元素的检出限试验	20mg/mL 金基体溶液建议更改为用 2mg/mL 金基体溶液。	深圳市中金岭南有色金属股份有限公司	不采纳，需确保样品中低含量元素检测的准确性。
12	试验报告 3.4杂质元素的检出限试验	Bi、Cr、Si、Zn 元素，测定下限较高，低含量有 ICP-MS 方法测定和萃取法，对一般要求的金锭，可以将测定下限稍微提高，避免用金基体匹配法引入高浓度的金。	深圳市中金岭南有色金属股份有限公司	不采纳，已确定 2%金基体浓度，并验证测定下限，不再检测其它基体浓度下的测定下限。
13	试验报告 3.4杂质元素的检出限试验	如果标准匹配金基体，多个元素的测定下限并不会随着称样量增加下限降低，下限反而高了。	深圳市中金岭南有色金属股份有限公司	不采纳，已确定 2%金基体浓度，并验证测定下限，不再检测其它基体浓度下的测定下限。
14	试验报告 3.5方法比对实验	方法比对试验中，一号样品 Sn 的含量本方法精密度实验中显示测出结果为 0.0008%，表 13 中显示为 0，建议明确。	北矿检测技术有限公司	采纳。已补充表 13 中 Sn 数据为“0.0008%”。
15	试验报告 3.7精密度实验	铯元素波长 197.248nm 的谱线灵敏度较低，测含量较低的铯元素时不适用，推荐选择最灵敏谱线	山东恒邦冶炼股份有限公司	不采纳，仪器型号和性能不同，元素的推荐谱线根据

		波长为 227.525nm。		略有不同, 根据具体谱线强度及干扰情况选择即可。草案中只是做了推荐。
16	试验报告 3.7方法精密度	样品钼均匀性不太好, 提高样品量到 1g, 数据才与起草方一致。	深圳市中金岭南有色金属股份有限公司	不采纳, 需按起草方条件复现实验, 其它称样量不做采纳。
17	试验报告 3.7方法精密度	请确认样品中铈能否用王水溶出。	深圳市中金岭南有色金属股份有限公司	不采纳, 按样品研制及回收情况, 已验证样品中铈可溶出。
18	试验报告 3.7方法精密度	3#样品加标后 5#样品钙回收率较差	深圳市中金岭南有色金属股份有限公司	不采纳, 起草方 3#钙平均值为 0.0194%, 5#钙平均值为 0.0483%, 加入量为 300ug, 回收率较好。
20	方法草案 5.11 银标准贮备溶液	银标准贮存溶液配制中先加入溶解后银溶液后加入盐酸容易引起沉淀。	紫金铜业有限公司	采纳。文中修改为“转移至预先加好 25 mL 盐酸 (5.2) 的 100 mL 塑料容量瓶中”
21	方法草案 7.2 试料	未明确称取重量	紫金铜业有限公司	采纳。增加重量, 1.000g。