

# 标准制修订编制说明

(征求意见稿)

文件名称：《火试金法测定金属矿石、精矿及相应物料中银量的校正方法 第2部分：熔渣和灰皿回收法》

文件编号：YS/T ××××—202×

文件类别：推荐性行业标准

制定或修订：制定

计划号：2018-2085T-YS

起止时间：2018年9月1日—2020年 月 日

牵头起草单位：长春黄金研究院有限公司

## 一、工作简况

### 1 任务来源及分工

2018年11月2日，工业和信息化部办公厅下达2018年第四批行业标准制修订计划（工信厅科〔2018〕73号），立项《火试金法测定金属矿石、精矿及相应物料中银量的校正方法 第2部分：熔渣和灰皿回收法》推荐性行业标准项目，计划号2018-2085T-YS。技术归口单位全国黄金标准化技术委员会，牵头起草单位为长春黄金研究院有限公司。

### 2 标准修订的目的及意义

火试金法不仅是古老的富集银的手段而且也是银分析的重要手段。国内外的地质、矿山、金银冶炼厂都将它作为最可靠的分析方法广泛应用。我国的金精矿、银精矿、铜精矿及合质金等银量的测定，也多采用火试金法作为国家标准方法，火试金重量法测定银量也是国际上较为通用的方法。为解决火试金分析过程中，银的灰吹损失补正问题，本项目中采用的熔渣和灰皿回收法的银补正方式，科学合理、可操作性强，为火试金方法银补正问题提供了又一种科学合理的解决方案，有必要作为行业标准应用于本行业，为今后火试金法测定银标准的制修订提供参考。

### 3 工作过程

#### 3.1 起草

##### （1）起草前期准备阶段（2018年12月-2019年4月）

2018年12月，长春黄金研究院有限公司成立《火试金法测定金属矿石、精矿及相应物料中银量的校正方法 第2部分：熔渣和灰皿回收法》项目工作组。2018年10月至2019年4月，工作组根据标准编制计划要求，展开国内外相关标准和文献资料的查阅工作，并对涉及火试金方法分析金属矿石、精矿及相应物料中银量的校正方法进行调研，经过对收集资料和调研结果的研究分析，初步确定标准方法的技术路线。

##### （2）起草阶段（2019年5月-2020年8月）

工作组经过调研，认真总结和整理各检测公司以及黄金生产单位的建议和意见，根据所汇总的建议和意见对现有实验方案在原来的基础上作出了适当的修改、调整及补充，最终形成了更为完善的实验方案。

2019年5月至11月，项目工作组按照标准编制计划，参考标准制定的要求，根据调研结果及实验方案，制备了实验样品，进行了方法的条件实验、精密度及准确度实验等大量的实验研究，确定最佳实验条件，完成实验室内方法验证试验及单位内部技术审核。

2019年12月，项目工作组对前期实验结果进一步整理、反复检查及修改完成了《火试金法测定金属矿石、精矿及相应物料中银量的校正方法 第2部分：熔渣和灰皿回收法》实验报告，一验报告包含了所有的条件试验、精密度试验和准确度试验，二验仅包含精密度试验。

2020年1月，项目工作组将一验报告（包含了所有的条件试验、精密度试验和准确度试验）及实验说明、实验样品发送给第一验证单位，2020年2月收回第一验证报告。项目工作组根据第一验证单位的建议经实验及讨论后，形成二验文本，并于2020年3月将二验文本、验证说明、实验样品发送至所有第二验证单位。

2020年3月至4月，承担《火试金法测定金属矿石、精矿及相应物料中银量的校正方法 第2部分：熔渣和灰皿回收法》验证任务的各验证单位陆续向长春黄金研究院有限公司返回了相应的验证数据，通过对所有验证数据的初步核查，数据量及数据结果本身与预期期望基本相符。部分起草单位在提交验证数据时，在数据后面附上在验证过程中发现的新问题、解决办法及其他许多中肯的建议和意见，项目工作组对此非常重视，立刻组织人员对其进行了整理和讨论。对于各起草单位提出的问题、建议和意见，项目工作组基本给予采纳。

验证数据来自9家起草单位，一验单位提供了所有条件实验、精密度实验及准确度实验的全部结果，二验单位提供了精密度及准确度的实验结果。数据统计结果经反复检验无误后，由项目工作组统一对《火试金法测定金属矿石、精矿及相应物料中银量的校正方法 第2部分：熔渣和灰皿回收法》的数据进行了整理及汇总。

2020年8月5日，全国黄金标准化技术委员会组织标准初审视频会议，与

会专家审查组听取了项目组对标准制定情况汇报，对该标准初审稿制定原则、适用范围、试验方法、标准文本格式进行了审查，并对各标准的文字结构、相关技术内容进行了讨论和审议。

工作组认真讨论和研究专家提出的意见和建议后，最后依据采纳的意见对初审稿进行了修改完善，形成标准征求意见稿。

#### 4 标准编制任务分工

全国黄金标准化技术委员会组织长春黄金研究院有限公司牵头成立了《火试金法测定金属矿石、精矿及相应物料中银量的校正方法 第2部分：熔渣和灰皿回收法》行业标准项目起草工作组，工作组对项目工作进行计划安排。起草单位、主要起草人及其工作分工见表1：

**表 1 任务安排**

项目	单位名称	主要起草人	主要工作
主起草单位	长春黄金研究院有限公司	陈永红、赵可迪、李正旭、马丽军、苏本臣	<ol style="list-style-type: none"> <li>负责试验方案的设计、文本的起草</li> <li>负责标准验证单位的协调、标准方案的审定，与标委会的沟通</li> <li>负责试验工作、报告编写、数理统计</li> </ol>
第一验证单位	紫金矿业集团股份有限公司	黄富英、钟康祥、林英玲	负责标准中方法一、方法二的第一验证工作、一验报告的编写
第二验证单位	深圳市金质金银珠宝检验研究中心有限公司、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、河南豫光金铅股份有限公司检测中心、灵宝黄金集团股份有限公司黄金冶炼分公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、国投金城冶金有限责任公司	杨佩、王德雨、谢飞、刘秋波、孔令政、张雷战、彭占石、朱延胜、张艳峰、栾海光、崔亚军	负责精密度试验的验证工作、提交试验报告及精密度结果。

## 二、标准编制的主要原则和内容

### 2.1 编制原则

按照 GB/T 1.1—2020 和 GB/T 20001.4—2015 的规定开展本标准的制定工作。

本标准制定过程遵循的基本原则：

一致性原则。制定行业标准应当贯彻国家的有关方针、政策、法律、法规，标准条款及内容应与现行相关法律法规、引用标准准则之规定保持一致，不可与之抵触；其格式、语言形式等应规范，不能标新立异。

科学适用原则。行业标准的制定过程中一切结论的获得均应有充分的科学论据给予支持，采用的方法、使用设备等应与当前社会发展相协调，制定出的标准应有利于开发和利用国家资源、推广科学技术成果；有利于促进对外经济技术合作与对外贸易的发展；有利于保障人民的安全、身体健康，保护生态环境；有利于维护消费者的利益等，总之应做到“技术先进、经济合理、安全可靠、协调配套”的科学理念。

## 2.2 主要内容

《火试金法测定金属矿石、精矿及相应物料中银量的校正方法 第 2 部分：熔渣和灰皿回收法》行业标准各部分相关条款的主要技术内容作如下说明：

### (1) 试样

根据方法的适用范围，选择了银矿石、金精矿及铅阳极泥 3 个类别的样品进行实验。

### (2) 测定范围

本标准适用于金属矿石、精矿及相应物料的银修正值的测定。

### (3) 条件实验

本标准方法主要考察：火试金重量法称样量、火试金重量法配料方式、原子吸收光谱法称样量、原子吸收光谱法溶样条件、不同材质灰皿对低含量银的灰吹回收率，通过实验确定最佳实验条件。

#### 1) 火试金重量法称样量的考察

分别称量镁砂灰皿二次样 30 g、50 g、70 g、100 g 和骨灰灰皿的半量及全量，按照最佳配料方式配料后，向每份试料中加入 10 mg 纯银，按实验步骤进行实验，实验结果见表 2。

表 2 火试金重量法称样量考察

名称	回收率	平均值	标准偏差
----	-----	-----	------

	%							
镁砂 30g	95.790	96.899	0.758	96.513	97.908	97.573	96.899	0.758
镁砂 50g	97.555	97.958	1.172	96.266	99.634	98.587	97.958	1.172
镁砂 70g	98.388	98.029	1.342	99.048	*	99.316	98.029	1.342
镁砂 100g	91.689	92.681	12.079	100.230	101.961	99.788	92.681	12.079
骨灰半量	92.003	95.403	2.762	98.236	—	—	95.403	2.762
骨灰全量	95.468	96.208	1.475	98.420	—	—	96.208	1.475

注：\*为做坏样品。

结论：二次样品中的银含量非常低，相对于 10 mg 来说可以忽略，认为所得银粒即为加入纯银。综合考虑表中数据及样品代表性后，确定镁砂二次样的最佳取样量为 70 g，骨灰二次样的最佳取样量为全量。

### 2) 火试金重量法配料方式的考察

分别确定镁砂二次样 70 g 和骨灰灰皿的全量的配料方式，按照实验步骤进行实验，实验结果见表 3。

表 3 火试金重量法配料方式考察

碳酸钠 g	氧化铅 g	硼砂 g	二氧化硅 g	面粉 g	熔融效果
50	40	20	20	4	熔渣偏碱性，流动性差，灰吹效果差
30	40	30	28	4	熔渣呈酸性，流动性好，严重外溢
40	40	25	25	4	熔渣偏碱性，流动性差，灰吹效果差
30	40	28	27	4	熔渣呈中性，流动性好，灰吹后合粒光滑

结论：由表可得，70 g 镁砂灰皿二次样的最佳配料方式为碳酸钠 30 g，氧化铅 40 g，硼砂 28 g，二氧化硅 27 g，面粉 4 g。另外，全量的骨灰灰皿二次样品的配料方式参考众多现行标准及日常经验积累，确定为碳酸钠 40 g，氧化铅 40 g，硼砂 20 g，二氧化硅 20 g，面粉 4 g。

### 3) AAS 法中称样量的考察

对 2#样品，分别称量骨灰和镁砂灰皿的二次样 0.5 g、1.0 g、2.0 g、3.0 g，按照实验步骤进行实验，实验结果见表 4、表 5。

表 4 镁砂灰皿二次样品取样量考察

取样量	0.5 g	1 g	2 g	3 g
测定结果 ug/g	9.88	9.49	6.99	5.99
	10.79	9.46	7.48	6.48
	10.85	9.47	7.73	5.32
	9.99	9.54	7.47	5.16
平均值 ug/g	10.38	9.49	7.42	5.74
RSD/%	4.948	0.375	4.170	10.663

表 5 骨灰灰皿二次样品取样量考察

取样量	0.5 g	1 g	2 g	3 g
测定结果 ug/g	14.51	14.41	9.54	6.55
	13.32	15.41	8.31	7.28
	11.85	14.93	10.11	8.70
	19.39	14.96	10.77	8.06
平均值 ug/g	14.77	14.93	9.68	7.65
RSD/%	22.130	2.739	10.782	12.214

结论：由表可得，取样量大于 2 g 时，测量结果偏低。取样量在 1 g 时具有很好的代表性，且结果精密度良好，最为稳定。综合考量后，确定取样量为 1 g。

#### 4) AAS 法中溶样条件的考察

对 2#样品骨灰和镁砂灰皿的二次样分别使用二酸（盐酸、高氯酸）、三酸（盐酸、硝酸、高氯酸）、四酸（盐酸、硝酸、高氯酸、氢氟酸）溶样，按照实验步骤进行实验，实验结果见表 6、表 7。

表 6 镁砂灰皿消解方式考察

消解方式	二酸	三酸	四酸
测定结果 ug/g	8.98	9.47	9.45
	9.96	9.50	9.43
	8.46	9.43	9.48
	8.43	9.42	9.45
平均值 ug/g	8.96	9.46	9.45
RSD/%	7.976	0.391	0.218

结论：采用三酸、四酸消解测试结果无明显差异，但四酸（盐酸、硝酸、高氯酸、氢氟酸）消解时，残留杂质很少，可不用过滤，直接测量，操作简便。

表 7 骨灰灰皿消解方式考察

消解方式	二酸	三酸	四酸
测定结果 ug/g	14.93	15.71	15.91
	15.49	14.81	17.99
	14.44	15.63	16.00
	13.88	14.97	15.43
平均值 ug/g	14.69	15.28	16.33
RSD/%	4.679	2.986	6.937

结论：三种消解方式结果平均值无显著性差异，但四酸（盐酸、硝酸、高氯酸、氢氟酸）消解时，残留杂质很少，可不用过滤，直接测量，操作简便。

#### 5) 不同材质灰皿对低含量银的灰吹回收率考察

因为随着银质量的减小，其灰吹损失率逐渐增大，为确保修正值得准确性，称取 0.1 mg、0.3 mg、0.5 mg、1.0 mg、2.0 mg 纯银，用适量铝箔包裹，在骨灰灰皿和镁砂灰皿中分别进行灰吹实验，实验结果见表 8、表 9。

表 8 镁砂灰皿低含量银回收率考察

纯银质量 mg	回收率 %				标准偏差	平均值
0.1	78.151	66.379	65.421	66.379	6.063	69.083
0.3	88.406	85.836	83.333	108.392	2.084	85.742
0.5	95.344	93.281	92.357	91.698	1.588	93.170
1	97.808	102.252	93.269	94.557	1.910	95.222
2	97.568	95.861	97.819	95.888	1.055	96.784

表 9 骨灰灰皿低含量银回收率考察

纯银质量 mg	回收率 %				标准偏差	平均值
0.1	84.211	35.526	79.333	95.833	26.39	73.726
0.3	81.000	82.903	87.252	87.658	3.275	84.703
0.5	86.583	91.189	90.909	96.970	4.263	91.413
1	89.518	84.511	89.365	91.757	3.054	88.788
2	90.843	90.888	90.770	92.446	0.808	91.237



结论：由表可得，镁砂灰皿在低含量银的灰吹实验中，效果明显优于骨灰灰皿，所以本方法的火试金重量法补正时，二次样铅扣应选用镁砂灰皿进行灰吹。

#### (4) 分析结果的计算及表示

分析结果按标准正文所列的公式计算。

#### (5) 精密度

本标准在矿石、精矿和相应物料中各选取一类物质进行实验，对样品进行设计见表 10。

表 10 样品类型

序号	试验样品编号	银大致含量	S 值 %
1	金矿石 1#-Ag	600 g/t	5
2	银精矿 2#-Ag	5 500 g/t	28
3	铅阳极泥 3#-Ag	110 kg/t	—

对所有样品进行重复 11 次测定，通过经本标准的两种方法校正后的值考察方法的精密度情况，实验结果见表 11 至表 13。

表 11 矿石精密度实验结果

样品种类	1#序号	测定值 g/t	本方法重量法修正值 mg	本方法 AAS 法修正值 mg	重量法修正后的值 g/t	AAS 法修正后的值 g/t
矿石	1	598.0	0.331	0.378	614.5	616.9
	2	598.6	0.377	0.418	617.4	619.5
	3	592.3	0.338	0.394	609.2	612.0
	4	601.8	0.280	0.474	615.8	625.5
	5	598.8	0.525	0.352	625.0	616.4
	6	581.5	0.578	0.434	610.3	603.1
	7	604.3	0.437	0.455	626.2	627.1
	8	591.6	0.502	0.393	616.6	611.2
	9	594.9	0.590	0.436	624.2	616.5
	10	596.6	0.510	0.380	622.1	615.6
	11	600.0	0.317	0.458	615.8	622.9
平均值		596.2	0.435	0.879	617.9	617.0
RSD/%		1.036	—	—	0.933	1.111

表 12 精矿精密度实验结果

样品种类	2#序号	测定值 g/t	本方法重 量法修正 值 mg	本方法 AAS 法修 正值 mg	重量法修 正后的值 g/t	AAS 法修 正后的值 g/t
精矿	1	5450.2	1.593	1.884	5609.4	5638.5
	2	5362.6	1.984	1.967	5559.4	5557.7
	3	5393.0	1.489	1.77	5541.2	5569.2
	4	5359.3	1.838	1.772	5541.8	5535.3
	5	5397.3	1.480	1.460	5544.3	5542.3
	6	5427.3	1.478	1.846	5574.7	5611.4
	7	5409.4	1.668	1.677	5575.8	5576.7
	8	5387.2	1.753	1.694	5562.2	5556.3
	9	5379.2	1.623	1.827	5541.3	5561.7
	10	5390.2	1.863	1.457	5575.9	5535.5
	11	5367.8	1.579	1.758	5524.6	5542.4
平均值		5393.0	1.668	1.737	5559.1	5566.1
RSD/%		0.513	—	—	0.429	0.585

表 13 阳极泥精密度实验结果

样品种类	3#序号	测定值 kg/t	本方法重 量法修正 值 mg	本方法 AAS 法修 正值 mg	重量法修 正后的值 kg/t	AAS 法修 正后的值 kg/t
阳极泥	1	113.23	1.124	1.462	115.48	116.15
	2	113.55	1.268	1.392	116.09	116.33
	3	112.87	1.37	1.327	115.61	115.52
	4	112.76	1.382	1.387	115.52	115.53
	5	114.11	1.136	1.021	116.38	116.15
	6	114.32	1.075	1.115	116.47	116.55
	7	113.35	1.301	1.211	115.95	115.77
	8	114.22	1.096	1.107	116.41	116.43
	9	113.57	1.128	1.249	115.83	116.07
	10	114.08	1.226	1.193	116.53	116.47
	11	113.05	1.316	1.267	115.68	115.58
平均值		113.56	1.22	1.248	116.0	116.05
RSD/%		0.492	—	—	0.346	0.336

结论：本方法对各种类型的样品进行修正后，结果精密度良好。

### (6) 准确度

本标准起草的实验中，采用了方法比对和加标回收进行了准确度实验，实验结果令人满意。

1) 加标回收率实验

对所有样品进行重复 4 次加标回收实验，通过经过本方法校正后的纯银回收率结果考察方法的准确度情况，实验结果见表 14、表 15。

表 14 火试金法加标回收率实验结果

1#样品				
序号	加标前银粒质量 mg (修正后)	加标后银粒质量 mg (修正后)	加标准银质量 mg	回收率 %
1	6.343	12.841	6.426	101.51
2	6.288	12.314	6.112	98.102
3	6.323	12.724	6.454	99.256
4	—	12.563	6.231	100.23
平均值	6.318	12.611	6.306	99.773
2#样品				
序号	加标前银粒质量 mg (修正后)	加标后银粒质量 mg (修正后)	加标准银质量 mg	回收率 %
1	55.521	110.580	55.161	100.05
2	55.399	110.340	55.112	99.699
3	55.261	110.970	55.824	99.556
4	—	110.792	55.226	100.31
平均值	55.394	110.671	55.331	99.903
3#样品				
序号	加标前银粒质量 mg (修正后)	加标后银粒质量 mg (修正后)	加标准银质量 mg	回收率%
1	58.344	116.044	57.744	99.805
2	58.581	114.840	57.056	98.899
3	58.312	116.005	57.324	100.47
4	—	115.879	57.429	100.07
平均值	58.412	115.692	57.388	99.810

表 15 原子吸收光谱法加标回收率实验结果

1#样品				
序号	加标前银粒质量 mg (修正后)	加标后银粒质量 mg (修正后)	加标准银质量 mg	回收率 %

1	6.250	12.595	6.426	100.10
2	6.137	12.209	6.112	98.926
3	6.101	12.797	6.654	99.704
4	—	12.380	6.231	99.781
平均值	6.163	12.495	6.356	99.627
2#样品				
序号	加标前银粒质量 mg (修正后)	加标后银粒质量 mg (修正后)	加标准银质量 mg	回收率 %
1	56.127	111.328	55.161	100.21
2	55.984	110.674	55.112	99.107
3	56.051	111.447	55.824	99.228
4	—	111.560	55.226	100.51
平均值	56.054	111.252	55.331	99.762
3#样品				
序号	加标前银粒质量 mg (修正后)	加标后银粒质量 mg (修正后)	加标准银质量 mg	回收率 %
1	59.228	118.229	58.744	100.49
2	59.232	118.046	58.556	100.50
3	59.140	117.127	57.324	101.05
4	—	117.492	58.429	99.766
平均值	59.200	117.724	58.263	100.449

结论：从表中可以看出，按照本方法对银进行修正后加标回收率98.102%~101.05，准确可靠。

## 2) 方法比对试验

通过经本标准修正过的银结果与现行标准方法 GB/T 20899.2—2019、GB/T 7739.1—2019、YS/T 775.5—2011 测定值的对比，证明其准确度。

GB/T 20899.2—2019《金矿石化学分析方法 第2部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法》：试料经盐酸、硝酸、高氯酸、氢氟酸分解，在稀盐酸介质中，于火焰原子吸收光谱仪波长 328.1 nm 处，以空气—乙炔火焰测量银的吸光度值，按标准曲线法计算银量。

GB/T 7739.1—2019《金精矿化学分析方法 第1部分：金量和银量的测定 火试金重量法》：试料经配料、熔融，获得适当质量的含有贵金属的铅扣与易碎性的熔渣。为了回收渣中残留的金、银，再次对熔渣进行试金。通过灰吹使金、银与铅扣分离，得到金银合粒，合粒经硝酸分金后，用重量法测定金量和

银量。

YS/T 775.5—2011《铅阳极泥化学分析方法 第5部分：金量和银量的测定 火试金重量法》：试料与适量的熔剂熔融，以铅捕集金、银形成铅扣。其他杂质与熔剂生成易熔性熔渣，利用铅与熔渣的密度不同，使铅扣与熔渣分离，将铅扣灰吹，得到金银合粒，用称量法测定金、银含量。利用金不溶于硝酸的性质，使金、银分离，用称量法测定金量，含量减去金量即得银量。

实验结果见表16。

表 16 方法比对实验结果

样品	1#			2#			3#		
	重量法修正后的值 g/t	AAS法修正后的值 g/t	国标测定值 g/t	重量法修正后的值 g/t	AAS法修正后的值 g/t	国标测定值 g/t	重量法修正后的值 kg/t	AAS法修正后的值 kg/t	国标测定值 kg/t
银测定值	614.5	616.9	616.5	5609.4	5538.5	5572.0	115.48	116.15	114.53
	617.4	619.5	629.7	5559.4	5557.7	5582.4	116.09	116.33	115.92
	609.2	612.0	619.6	5541.2	5569.2	5569.4	115.61	115.52	116.23
	615.8	625.5	616.4	5541.8	5535.3	5546.2	115.52	115.53	115.80
	625.0	616.4	618.0	5544.3	5542.3	5516.1	116.38	116.15	115.77
	610.3	603.1	630.4	5574.7	5611.4	5526.1	116.47	116.55	115.70
	626.2	627.1	615.3	5575.8	5576.7	5518.0	115.95	115.77	—
平均值	616.9	617.2	620.8	5563.8	5561.6	5547.2	115.93	116.00	115.66
RSD/%	1.07	1.32	1.04	0.45	0.49	0.50	0.35	0.34	0.50

结论：从表中数据可以看出，经本方法修正后的结果与标准方法测定值比对良好，准确可靠。

### 三、主要试验（或验证）情况分析、综述报告，技术经济论证，预期的经济效果

我单位邀请了 8 家单位对标准进行验证，1 家单位提供了一组数据，各条件所得结论和我单位一致。8 家单位依据提供的标准分析方法草案及验证说明，对上述实验样品分别进行 4 次独立测定，并按照本标准进行校正提供了验证数据。实验样品全部以编码的形式分发到参加精密度协作试验的单位。我单位依据相关标准规范要求，将检测数据汇总、统计分析。原始数据列于表 17 至表 22 中。

表 17 矿石样品火试金重量法校正后原始数据表

实验室	1#-矿石 g/t				平均值	RSD/%
	1	625.6	631.0	622.4		
2	642.2	632.4	634.2	650.7	639.9	1.31
3	642.0	644.5	637.9	638.1	640.6	0.50
4	633.2	640.9	636.5	627.3	634.4	0.90
5	616.0	618.3	634.1	617.0	621.3	1.38
6	648.3	635.9	640.5	644.1	642.2	0.82
7	629.0	623.2	624.8	627.5	626.1	0.42
8	614.5	617.4	609.2	615.8	614.2	0.58
9	622.4	618.9	627.3	611.5	620.0	1.07
总体平均值	629.5			总标准偏差：10.93		1.74

表 18 矿石样品原子吸收光谱法校正后原始数据表

实验室	1#-矿石 g/t				平均值	RSD/%
	1	629.2	634.0	624.1		
2	653.8	639.7	645.3	658.3	649.3	1.29
3	645.9	648.4	641.8	642.0	644.5	0.50
4	642.1	647.8	647.0	636.5	643.3	0.81
5	615.5	621.1	640.5	628.2	626.3	1.72
6*	688.7	675.8	684.9	677.1	681.6	0.91
7	639.2	638.1	634.6	638.3	637.6	0.32
8	616.9	619.5	612.0	625.5	618.5	0.91
9	617.1	621.2	619.2	625.6	620.8	0.58
总体平均值	639.0			总标准偏差：19.22		3.01

表 19 精矿样品火试金重量法校正后原始数据表

实验室	2#-精矿 g/t				平均值	RSD/%
	1	5 618.7	5 587.8	5 608.8		
2	5 534.8	5 531.8	5 504.9	5 539.0	5 527.6	0.28
3	5 528.1	5 537.1	5 522.2	5 551.1	5 534.7	0.23
4	5 673.3	5 660.2	5 660.6	5 580.0	5 643.5	0.76
5	5 550.6	5 577.3	5 592.9	5 589.2	5 577.5	0.34
6	5 648.5	5 602.7	5 652.8	5 641.2	5 636.3	0.41
7	5 520.3	5 535.5	5 528.6	5 569.3	5 538.4	0.39
8	5 609.4	5 559.4	5 541.2	5 541.8	5 563.0	0.58
9	5 562.2	5 541.3	5 575.9	5 524.6	5 551.0	0.41
总体平均值	5 576.1			总标准偏差：47.75		0.86

表 20 精矿样品原子吸收光谱法校正后原始数据表

实验室	2#-精矿 g/t				平均值	RSD/%	
	1	5 664.2	5 595.7	5 636.1			5 612.5
2	5 579.2	5 568.1	5 540.3	5 570.0	5 564.4	0.30	
3	5 528.8	5 537.8	5 522.9	5 551.8	5 535.3	0.23	
4	5 677.4	5 666.3	5 646.0	5 626.2	5 654.0	0.40	
5	5 573.5	5 598.8	5 609.0	5 595.8	5 594.3	0.27	
6*	5 741.6	5 777.3	5 687.4	5 696.9	5 725.8	0.73	
7	5 583.8	5 559.1	5 573.9	5 570.5	5 571.8	0.18	
8	5 638.5	5 557.7	5 569.2	5 535.3	5 575.2	0.80	
9	5 572.7	5 566.3	5 561.7	5 525.5	5 556.6	0.38	
总体平均值	5 600.5				总标准偏差: 61.41		1.10

表 21 阳极泥样品火试金重量法校正后原始数据表

实验室	3#-阳极泥 kg/t				平均值	RSD/%	
	1	116.36	115.96	116.02			116.40
2	117.21	117.98	119.34	117.27	117.95	0.84	
3	115.91	116.63	115.15	115.61	115.82	0.54	
4	119.22	118.78	118.54	119.07	118.90	0.25	
5	115.03	114.91	114.92	115.24	115.03	0.13	
6	118.71	116.03	115.55	115.27	116.39	1.36	
7	114.90	113.30	114.90	115.50	114.65	0.82	
8	115.48	116.09	115.61	115.52	115.68	0.24	
9	115.74	114.95	116.61	115.98	115.82	0.59	
总体平均值	116.27				总标准偏差: 1.47		1.26

表 22 阳极泥样品原子吸收光谱法校正后原始数据表

实验室	3#-阳极泥 kg/t				平均值	RSD/%	
	1	116.48	116.10	116.16			116.61
2	117.53	118.70	119.39	117.94	118.39	0.70	
3	116.06	116.78	115.29	115.75	115.97	0.54	
4	117.00	116.39	116.32	116.77	116.62	0.28	
5	114.93	114.41	115.65	115.46	115.11	0.49	
6	118.87	117.33	117.22	116.78	117.55	0.78	
7	116.40	114.10	115.50	117.00	115.75	1.09	
8	116.15	116.33	115.52	115.53	115.88	0.36	
9	115.87	116.71	115.58	116.05	116.05	0.41	
总体平均值	116.41				总标准偏差: 1.14		0.98

由表 17 至表 22 可以看出，所得各类型、各含量的银测试结果准确，精密度良好，证明该方法适用于金矿石、精矿及相关冶金物料中银含量的校正。

#### 四、采用国际标准和国外先进标准的情况，与国际、国内同类标准水平的对比情况

本文件在制定过程中做了大量的实验，验证了方法的准确性和可靠性。在起草过程中，验证单位提出了宝贵意见，汇总于表 23 中。

表 23 验证单位意见汇总表

序号	标准章 条编号	意见内容	提出单位	处理 意见	理由
1	5 试样	“称量熔融及灰吹得到的熔渣和灰皿（4.4），精确至 0.01 g。”的表述建议修改为“收集熔融及灰吹得到的熔渣和灰皿（4.4），称量精确至 0.01 g。”	山东恒邦冶炼股份有限公司	采纳	在标准文本 7.1 中进行了说明
2	6.1.1	骨灰采用全量时，熔融会外溢，建议采用规格较大的试金坩埚	紫金矿业集团股份有限公司	采纳	在标准文本 6.1 中进行了说明
3	6.1.2、 7.1.2 空白试验	由于修正纯银是称量两份，建议随同试料进行空白试验也做两次取平均值	山东恒邦冶炼股份有限公司	采纳	
4	7.1.1	将试样前加“二次”	北矿检测技术有限公司	不采纳	本标准为单独标准，二次试样对于本标准为实验样品
5	7.1.3.1	起草方选择三酸消解。但三酸消解定容时块状多，不易定容，而四酸（盐酸、硝酸、高氯酸、氢氟酸）则不会，建议采用四酸	紫金矿业集团股份有限公司	采纳	氢氟酸低温挥发，不会对玻璃烧杯造成严重腐蚀。四酸消解后，可不用过滤，减少实验步骤，更加简便
6	7.1.3.1	由于熔渣和灰皿成分复杂难以处理，建议在原子吸收光谱法测定样品溶解过程中加入 0.5 mL 氟化氢铵饱	山东恒邦冶炼股份有限公司	不采纳	将三酸消解改为四酸消解后，解决了杂质难处理的问题



		和溶液			
--	--	-----	--	--	--

通过本次标准文件的制定，满足企业对相关标准的需求，有利于企业优化选矿工艺控制参数，精准控制选矿药剂消耗、减少银元素在金矿石选冶富集过程的干扰、提高各有价元素（包括银）的综合回收率，为国家矿产资源领域的综合回收利用和可持续健康发展提供更强有力的技术支撑。

## 五、与有关的现行法律、法规和强制性标准的关系

本文件与相关法律、法规、规章及相关标准协调一致，没有冲突。

## 六、重大分歧意见的处理经过和依据

本文件在制定过程中未出现重大分歧意见。

## 七、标准作为强制性标准或推荐性标准的建议

建议《火试金法测定金属矿石、精矿及相应物料中银量的校正方法 第2部分：熔渣和灰皿回收法》作为推荐性行业标准颁布实施。

## 八、贯彻标准的要求和措施建议

建议本标准在批准发布6个月后实施。

本文件发布后，应向黄金行业生产单位进行宣贯，向所有从事黄金检测工作的相关人员推荐执行本文件。

## 九、废止现行有关标准的建议

本标准为新制定标准，无现行有关标准。

## 十、其他应予说明的事项

本文件不涉及专利。