标准制修订编制说明

文件名称：《金精矿化学分析方法 第7部分：铁量的测定》

文件编号：GB/T 7739.7—202×

文件类别：推荐性国家标准

制定或修订：修订

计划号：20200876-T-469

起止时间：2020年3月6日-2021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

1.1 任务来源及分工

2020年3月6日，国家标准化管理委员会公示《关于下达2020年推荐性国家标准计划（修订）的通知》（国标委发〔2020〕6号），立项《金精矿化学分析方法 第7部分：铁量的测定》推荐性国家标准项目，计划号20200876-T-469，技术归口单位全国黄金标准化技术委员会。

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《金精矿化学分析方法 第7部分：铁量的测定》国家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、主要起草人及主要工作见表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 |  | 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 |
| 负责试验方案的设计、文本的编写、审核 |
| 负责试验工作、报告编写、数理统计 |
| 第一验证单位 | 河南中原黄金冶炼厂有限责任公司研发中心 |  | 负责标准中方法第一验证工作、一验报告的编写 |
| 第二验证单位 | 北矿检测技术有限公司、国投金城冶金有限责任公司、长春国检（济源）检测科技有限公司、金翅岭金矿、灵宝黄金集团股份有限公司黄金冶炼分公司、河南中原黄金冶炼厂有限责任公司、紫金矿业集团股份有限公司 |  | 负责精密度试验的验证工作、提交试验报告及精密度结果 |

1.2 主要工作过程

**1）预阶段（2020年3月-2020年4月）**

由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成立了项目预研工作组，开展《金精矿化学分析方法 第7部分：铁量的测定》修订项目预阶段工作，开始着手于相关资料的收集和文献检索，对国内外标准及相关文献进行检索，通过查阅和检索的各类资料表明，目前还没有有关金精矿化学分析方法的国际系列标准。国内标准也已经实施了十余年，需要进行修订。

通过对所有文献资料的收集整理和借鉴，经工作组讨论，初步形成《金精矿化学分析方法 第7部分：铁量的测定》的技术标准草案，同时制定了标准的试验方案。根据要求，由长春黄金研究院有限公司依据设计的初步试验方案，提出试验所需的金精矿样品，然后由标准样品制备组进行样品制备。提交的样品制备计划注明：样品的个数、每个样品需要的重量、各个样品中铁的含量范围及样品制备的完成时间等。

**2）起草阶段（2020年4月-2021年7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试验方案在原有的基础上作出了适当的修改、调整及补充，最终形成了一套更为完善的试验方案。

2021年6月，工作组对前期试验结果进一步整理、反复检查及修改完成了项目试验报告，验证数据来自8家起草单位，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。

2021年7月，承担项目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，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，工作组基本给予采纳。

验证数据来自8家起草单位（如前述），该部分大致含量范围铁为1.00％～40.00％。每家起草单位为每个水平提供4个平行测试数据。

数据统计结果经数据统计小组反复检验无误后，由工作组统一编写成正式的《金精矿化学分析方法 第7部分：铁量的测定》数据统计报告。

2021年7月，全国黄金标准化技术委员会在内蒙古包头召开了《金精矿化学分析方法 第7部分：铁量的测定》国家标准初审会，与会专家审查组听取了工作组对标准修订情况的汇报，对该标准初稿制修订原则、适用范围、试验方法、标准文本格式进行了审查，并对标准的结构和技术内容进行了讨论和审议。

项目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稿进行修改完善，形成标准征求意见稿。

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修订工作。

本标准修订过程遵循的基本原则：

一致性原则。制修订国家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。国家标准的制修订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，制修订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 新旧国家标准水平的对比

《金精矿化学分析方法 第7部分：铁量的测定》国家标准各部分相关条款的主要技术内容作如下说明：

本部分与GB/T 7739.7—2007相比，除结构性调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

a） 修改了铁的测定范围（见第1章，2007年版的第1章）；

b） 修改了测定方法，删除了二氯化汞，改为二氯化锡-三氯化钛还原（见7.3，2007年版的5.3.3）；

c） 增加了干扰的消除方式（见7.3）；

d） 修改了计算公式［见公式（1），2007年版的公式（2）］；

e） 删除了“允许差”要求（见2007年版的第7章）；

f） 增加了“重复性”和“再现性”要求（见第9章）。

GB/T 7739.7—2007《金精矿化学分析方法 第7部分：铁量的测定》已实施多年，在本次的国家标准修订中，需要在试验方法及测定范围等方面作出一定的变动，以增强国家标准的适用性。通过本次国家标准的修订，满足企业对国家标准的需求，对整个黄金行业的健康发展提供更强有力的技术支撑。

2.3 主要内容

**1）测定元素**

本文件测定元素为：Fe。

**2）测定范围**

本文件中的测定范围均为1.00％～40.00％。

**3）仪器测定参数选择、确定及校正**

确定了仪器测定参数（见文件正文）。在确定了仪器参数的情况下考察了精密度考察、各元素的干扰试验。

**4）条件试验**

重铬酸钾滴定法法主要考察：滴定前的放置时间、铜的分离界限、称样量、消解过程加入盐酸后的加热温度、氯化铵加入量、分离浸出前的加水体积或加酸酸度、分离时氨水过量体积、分离时加入氨水后的保温时间、分离时滤纸的选择、滴定时稀重铬酸钾和硫酸铜选择、滤液滤渣中铁残留量、空白试验、干扰试验。通过试验确定：铁的滴定应随调随滴；最佳称样量为依据含量不同选择不同的称样量；消解过程中加入盐酸后温度为不沸腾状态加热；不分离铜浸出前的酸度为30%的盐酸；铜含量为1 mg时，铁的测定时需要分离；分离前以5%的HCl浸出；氯化铵加入量为3 g-4 g；分离时选择氨水过量10 mL并保温5 min；选择滤纸类型为快速-定量；考虑到铜对铁的测定是干扰元素，故本方法选择钨蓝的褪去方式为滴加稀重铬酸钾溶液；滤液滤渣中铁的残留量很少，可忽略不计，因此本方法对滤液滤渣不进行回收测定；选择随同样品空白，简便易操作；干扰试验（Mo、W、Ni、Co、Mn、As、S、Sn、Ti、Au、Ag）均无干扰，但当试样中含Sb量为1 mg时对铁的测定存在正干扰，并选择以下方式除去锑的干扰：样品消解加入盐酸-硝酸-高氯酸-硫酸，当试样刚冒白烟时，取下稍冷，加入10 mL氢溴酸，继续加热至刚冒白烟，取下稍冷，再次加入10 mL氢溴酸，加热至无棕色氢溴酸烟时，蒸干，其余步骤不变。

**5）分析结果的计算及表示**

分析结果按文件正文所列的公式计算。计算结果以％表示。

**6）精密度**

本文件起草的试验中，进行了精密度试验，试验结果令人满意。在数据统计后，获得了相应的重复性限和再现性限结果，对应的重复性限和再现性限结果组成了文件正文“精密度”条款，并作如下表达：

重复性限：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*）采用线性内插法求得。

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*）采用线性内插法求得。

**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**

**3.1 主要试验（或验证）等情况说明**

按照本文件条款要求，组织实施了相关重要的试验项目进行验证，实施多个条件试验，并经过多方验证。经过以上试验全面验证文件编写条款的适用性和可行性，验证结果来看，满足文件编写要求。

**3.1.1 分析方法精密度准确度试验**

由于无金精矿中含铁国家标准物质，因此通过配制多个试验样品，并对多个试验样品进行了均匀性试验、粒度分析。按优化好的仪器和试验条件对每个样品平行测定4次，并进行了样品加标回收率和方法比对试验，同时采用其他含铁矿物的国家标准样品衡量方法准确度；分别计算每一个样品4次测定的相对标准偏差（RSD）来衡量方法的精密度。

**3.1.2 方法精密度协作试验**

按照GB/T 6379.2—2004《测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法》、GB/T 6379.4—2006《测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第8部分：确定标准测量方法正确度的基本方法》的要求，邀请了8家单位依据提供的标准分析方法草案，对上述标准物质分别进行8次独立测定。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。依据相关标准规范要求，将检测数据汇总、统计分析，计算方法的重复性限和再现性限。

原始数据列于表2至表3中，以百分数（％）表示。

**表2 原始数据表**

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室i | 水平j | | | | | | |
| 1# | 2# | 3# | 4# | 5# | 6# | 7# |
| 1 | 0.81 | 2.74 | 6.33 | 13.56 | 17.22 | 34.13 | 40.92 |
| 0.82 | 2.69 | 6.37 | 13.52 | 17.31 | 34.03 | 40.76 |
| 0.79 | 2.78 | 6.29 | 13.64 | 17.39 | 34.22 | 40.90 |
| 0.81 | 2.65 | 6.33 | 13.58 | 17.35 | 34.13 | 40.64 |
| 2 | 0.70 | 2.66 | 6.22 | 13.17 | 17.02 | 33.66 | 40.54 |
| 0.67 | 2.67 | 6.21 | 13.34 | 17.00 | 33.74 | 40.48 |
| 0.71 | 2.65 | 6.32 | 13.32 | 17.11 | 33.84 | 40.50 |
| 0.70 | 2.71 | 6.07 | 13.27 | 17.00 | 33.74 | 40.55 |
| 3 | 0.57 | 2.76 | 6.13 | 13.22 | 17.24 | 33.98 | 40.31 |
| 0.62 | 2.82 | 6.08 | 13.22 | 17.13 | 34.07 | 40.30 |
| 0.63 | 2.79 | 6.17 | 13.19 | 17.13 | 33.99 | 40.20 |
| 0.65 | 2.80 | 6.15 | 13.24 | 17.02 | 33.91 | 40.47 |
| 4 | 0.82 | 2.84 | 6.38 | 13.30 | 16.99 | 33.83 | 40.60 |
| 0.83 | 2.99 | 6.36 | 13.50 | 16.99 | 33.83 | 40.71 |
| 0.80 | 2.98 | 6.39 | 13.38 | 17.07 | 33.75 | 40.62 |
| 0.78 | 2.93 | 6.29 | 13.48 | 16.87 | 33.63 | 40.68 |
| 5 | 0.72 | 3.00 | 6.50 | 13.19 | 17.26 | 33.66 | 40.46 |
| 0.71 | 2.98 | 6.46 | 13.20 | 17.24 | 33.64 | 40.45 |
| 0.72 | 2.90 | 6.40 | 13.18 | 17.27 | 33.67 | 40.55 |
| 0.70 | 2.89 | 6.48 | 13.19 | 17.26 | 33.65 | 40.33 |
| 6 | 0.74 | 2.72 | 6.24 | 13.14 | 16.99 | 33.62 | 40.36 |
| 0.74 | 2.75 | 6.31 | 13.20 | 17.03 | 33.68 | 40.43 |
| 0.75 | 2.78 | 6.35 | 13.29 | 17.12 | 33.79 | 40.47 |
| 0.78 | 2.83 | 6.40 | 13.30 | 17.20 | 33.87 | 40.65 |
| 7 | 0.78 | 2.79 | 6.51 | 13.54 | 17.36 | 34.21 | 40.63 |
| 0.79 | 2.76 | 6.48 | 13.59 | 17.41 | 34.14 | 40.77 |
| 0.78 | 2.82 | 6.51 | 13.61 | 17.39 | 34.11 | 40.84 |
| 0.80 | 2.78 | 6.51 | 13.57 | 17.36 | 34.15 | 40.78 |
| 8 | 0.75 | 2.89 | 6.40 | 13.35 | 17.19 | 34.06 | 40.72 |
| 0.75 | 2.89 | 6.51 | 13.36 | 17.26 | 34.16 | 40.73 |
| 0.75 | 2.86 | 6.50 | 13.33 | 17.21 | 34.12 | 40.72 |
| 0.76 | 2.86 | 6.50 | 13.32 | 17.19 | 34.01 | 40.73 |

**表3 单元平均值表**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室i | 水平j | | | | | | | |
| 1# | 2# | 3# | 4# | 5# | 6# | 7# |
|  |  |  |  |  |  |  |
| 1 | 0.81 | 2.72 | 6.33 | 13.58 | 17.32 | 34.13 | 40.81 |
| 2 | 0.70 | 2.67 | 6.21 | 13.28 | 17.03 | 33.75 | 40.52 |
| 3 | 0.62 | 2.79 | 6.13 | 13.22 | 17.13 | 33.99 | 40.32 |
| 4 | 0.81 | 2.94 | 6.36 | 13.42 | 16.98 | 33.76 | 40.65 |
| 5 | 0.71 | 2.94 | 6.46 | 13.19 | 17.26 | 33.66 | 40.45 |
| 6 | 0.75 | 2.77 | 6.33 | 13.23 | 17.09 | 33.74 | 40.48 |
| 7 | 0.79 | 2.79 | 6.50 | 13.58 | 17.38 | 34.15 | 40.76 |
| 8 | 0.75 | 2.88 | 6.48 | 13.34 | 17.21 | 34.09 | 40.73 |

由表2至表3可以看出，所得各个含量的铁测试结果准确，精密度良好，证明该方法适用于金精矿中铁含量的测定。本文件的修订，充分反映了国内外行业的水平。

**3.1.3 重复性限和再现性限的确定**

按照GB/T 6379.2—2004《测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法》，对方法精密度数据进行统计和取舍，参考了同类、同范围的标准及专家意见，计算出本方法的重复性限和再现性限，结果见表4至表5。

**表4 重复性限**

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *ω*S/％ | 0.74 | 2.81 | 6.35 | 13.35 | 17.17 | 33.91 | 40.59 |
| *r*/％ | 0.05 | 0.11 | 0.16 | 0.22 | 0.24 | 0.31 | 0.33 |

**表5 再现性限**

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *ω*S/％ | 0.74 | 2.81 | 6.35 | 13.35 | 17.17 | 33.91 | 40.59 |
| *R*/％ | 0.10 | 0.15 | 0.20 | 0.28 | 0.31 | 0.41 | 0.45 |

**3.2 预期的经济效果**

通过本次国家标准的修订，满足企业对国家标准的需求，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、减少铁元素在金精矿选冶富集过程的干扰、提高各有价元素（包括铁）的综合回收率，为整个黄金行业的综合资源回收利用和可持续健康发展提供更强有力的技术支撑。

**四、采用国际标准和国外先进标准的程度，以及与国际、国内同类标准水平的对比情况，或与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况**

本文件在修订过程中未查到同类国际标准，本文件主要对照和参考了GB/T 7739.7—2007的内容，总体技术水平属于国际先进水平。

**五、与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系**

本文件与有关现行法律、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**

本文件在修订过程中未出现重大分歧意见。

**七、国家标准作为强制性国家标准或推荐性国家标准的建议**

建议《金精矿化学分析方法 第7部分：铁量的测定》作为推荐性国家标准发布实施。

**八、贯彻标准的要求和措施建议（包括组织措施、技术措施、过渡办法等内容）**

建议本文件在批准发布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**

本标准化文件代替现行版本GB/T 7739.7—2007《金精矿化学分析方法 第7部分：铁量的测定》。

**十、其他应予说明的事项**

无。