

# 标准制修订编制说明

(征求意见稿)

标准名称：金矿石化学分析方法 第 15 部分：铜、铅、锌、银、  
铁、锰、镍、钴、铝、铬、镉、铋、铊、铋、砷、汞、硒、钡  
和铍含量的测定 电感耦合等离子体质谱法

标准编号：GB/T 20899.15—202X

标准级别：推荐性国家标准

制定或修订：制定

计划号：20204987-T-469

起止时间：2020 年 12 月至 2022 年 12 月

牵头单位：紫金矿业集团股份有限公司

## 一、工作简况

### 1 任务来源

根据国家标准化委员会 2020 年 12 月 24 日下达的 2020 年第四批推荐性国家标准计划，由紫金矿业集团股份有限公司牵头《金矿石化学分析方法 第 15 部分：铜、铅、锌、银、铁、锰、镍、钴、铝、铬、镉、锑、铋、砷、汞、硒、钡和铍含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》推荐性国家标准的制定工作，计划号 20204987-T-469，技术归口全国黄金标准化技术委员会。

### 2 主要工作过程

#### 1) 起草阶段（2021 年 1 月-2022 年 8 月）

接到标准制定任务后，紫金矿业集团股份有限公司成立了项目工作组，制定了标准项目推进计划。工作组向国内主要黄金生产企业发出关于金矿石中铜、铅、锌、银、铁、锰、镍、钴、铝、铬、镉、锑、铋、砷、汞、硒、钡和铍含量的调研表，同时查阅了国内有关金矿石中铜、铅、锌、银、铁、锰、镍、钴、铝、铬、镉、锑、铋、砷、汞、硒、钡和铍含量测定的文献、标准及专利等相关资料，设计了方法草案，并进行了初步探索试验。

2021 年 7 月 21 日至 23 日，全国黄金标准化技术委员会组织在内蒙古包头市召开了该项目的任务落实会，包括委员代表及各企业专家在内的九十多人参加了本次会议。专家审查组听取了该标准立项情况、方法草案、工作进度安排等方面的介绍，并在会议现场落实验证参与单位，参与验证单位如下：北矿检测技术有限公司、长春黄金研究院有限公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、云南黄金矿业集团贵金属检测有限公司、长春国检（济源）检测科技有限公司、招金矿业股份有限公司、山东黄金矿业科技有限公司选冶实验室分公司、山东国大黄金股份有限公司、山东省地质矿产勘查开发局第六地质大队。会议同时要求工作组按标委会下达的工作计划高质量及时推进标准起草工作。

任务落实会后，工作组根据初步探索试验继续完善，即试验人员按照制定的试验计划系统地进行了各项条件试验，完成了起草试验报告。

2021 年 12 月 9 日至 11 日，全国黄金标准化技术委员会组织在厦门市召开黄金标准审查会。本次研讨会会对《金矿石化学分析方法 第 15 部分：铜、铅、锌、银、铁、锰、镍、钴、铝、铬、镉、锑、铋、砷、汞、硒、钡和铍含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》进行了初审，与会专家审查组听取了工作组对标准制定情况的汇报。对该标准工作组讨论稿制定原则、适用范围、试验方法进行了讨论，相关技术内容进行了讨论。经过认真严格地审查，专家组对标准工作组讨论稿提出了具体的意见，意见内容及处理情况见表 1。

表 1 意见汇总表

序号	意见内容	提出单位	处理意见
1	只称取 0.1 g 样品，使用的酸量过大	北矿检测技术有限公司	采纳，加入酸的总量改为硝酸 8 mL、氢氟酸 8 mL、高氯酸 3 mL
2	工作曲线跨度太大是否全部元素能混在一起	北矿检测技术有限公司	采纳，分成两组工作曲线
3	在混合酸中对一些受氯离子干扰影响的元素是否有考虑	长春黄金研究院有限公司	已有考虑，结果不受影响，在试验报告中增加此部分内容
4	需增加仪器设备，如：如何确保 0.074 mm 样品的设备等	长春黄金研究院有限公司	采纳，增加控温电热板、筛等设备

讨论会后工作组经过调研，认真总结和整理各专家的建议和意见，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，形成了更为完善的试验方案及报告。

2022 年 1 月至 2 月开展一验工作，一验单位对所有条件试验、精密度和准确度进行再确认；2022 年 3 月至 4 月开展二验工作，二验单位主要对精密度开展试验。同时部分起草单位对验证过程中发现的问题、解决办法提出了建议和意见。对各单位提出的建议及意见，工作组基本给予采纳，具体见表 2。

表 2 意见内容及处理意见表

序号	条款	意见内容	提出单位	处理意见
1	范围	方法范围，Cu、Al、Fe 的最高范围为 100 μg/g-10000 μg/g，请确认该范围是否合适，1000 μg/g-10000 μg/g 范围建议采用光谱法进行测定	北矿检测技术有限公司	不采纳，金矿石中 Cu、Fe、Al 的含量都较高，考虑与其它元素同时检测，因此确定 Cu、Al、Fe 的范围为 100 μg/g-10 000 μg/g
2	7.2	文本“表 2 试样量”中，建议不同含量样品，定容体积统一改为 100mL；“表 3 溶液分取定容体积”中，分取倍数和定容体积作相应的调整	北矿检测技术有限公司	不采纳，如定容体积统一改为 100 mL，则很多元素测定下限达不到方法要求，同时会对低含量样品产生较大误差
3	8.3.1.1	测定铜、铅、锌、银、铁、锰、镍、钴、铝、铬、镉、铋、铟、砷、钡和铍试料的分解”文本和试验报告均未体现出“再依次加入 3 mL 硝酸（5.2），3 mL 氢氟酸（5.3）及 1 mL 高氯酸（5.4），于电热板上加热至高氯酸烟冒尽”的必要性。本实验室结果表明一次加酸即能达到较好的溶样效果。共采用 27 mL 混合酸两遍溶解 0.1 g 样品，使用酸量较大，会导致空白较高，影响准确度，是否可以考虑减少加酸量，一次溶样。试样加酸处理两次，有些繁琐了，建议加酸处理一次	北矿检测技术有限公司 长春黄金研究院有限公司 山东恒邦冶炼股份有限公司	采纳，第二次加酸改成注（如样品还有黑色残渣则再溶一次）
4	8.3.1.2	沸水浴中分解 2 h,期间摇动比色管 2 次~3 次，建议备注要轻摇，注意防止样品的喷溅	北矿检测技术有限公司	采纳
5	8.3.2	试液分取”部分，按表 3 补加硝酸，建议改为混合酸。测试用的标准溶液采用王水介质，高含量样品稀释后采用硝酸介质，二者测试体系的介质不一致，如 As 元素在王水与硝酸介质中的空白相差较大	北矿检测技术有限公司 长春黄金研究院有限公司	采纳
6		试验报告部分，表 8 各元素检出限和定量下限，请确认铅和铋的检出限和定量下限是否计算错误	北矿检测技术有限公司	采纳
7	5.12	标准文本中有处书写有误——“5.12 钴标准贮备溶液…加入 50 毫升硝酸（3.5）”应为…硝酸（5.5）	山东恒邦冶炼股份有限公司	采纳
8	5.17	5.17 硫酸铍、5.23 氯化钡，应注明纯度要求	山东恒邦冶炼股份有限公司	采纳

2022年5月，对返回的验证数据进行了数据统计。同时在验证过程中发现汞选用不同的质量数其结果相差较大。2022年6月主要对汞存在的问题进行了确认及提出解决办法。

2022年7月12日，工作组将标准预审稿、编制说明及起草试验报告提交至全国黄金标准化技术委员会。

2022年8月20日，全国黄金标准化技术委员会在贵州省贵阳市召开《金矿石化学分析方法 第15部分：铜、铅、锌、银、铁、锰、镍、钴、铝、铬、镉、铋、钨、钼、铀、汞、硒、钡和铍含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》（计划号 20204987-T-469）推荐性国家标准预审会，紫金矿业集团股份有限公司代表到会并进行了汇报，共有58位委员及委员代表及60位行业专家计118人出席预审会，符合审查程序要求。

会议审查组听取了项目工作组关于标准制定背景、标准起草过程及标准研究等主要内容的说明，并进行质询。审查组本着科学求实、认真负责的原则，对标准预审稿的各项内容进行了逐条逐句地审查和充分、细致地讨论，并提出修改意见，具体见表3。

会议形成如下预审意见：

1. 该标准符合国家现行法律、法规和强制性标准的规定。
2. 该标准预审材料齐全，符合审查要求。标准结构层次合理、核心技术要素齐全、起草表述和编排格式符合GB/T 1.1—2020以及GB/T 20001.4—2015的有关规定。
3. 该标准是在充分调研和试验的基础上制定的。该标准所确定的各项参数，科学、合理，具有可操作性。

审查组一致通过该标准的预审。工作组应结合审查组修改意见对标准修改完善，形成标准征求意见稿和编制说明等标准化文件。

表3 意见内容及处理意见表

序号	标准章节编号	意见内容	处理意见及理由
1	表1	“含量范围”应修改为“测定范围”	将“含量范围”修改为“测定范围”
2	表1	根据实际样品检测结果及与测汞仪、原子荧光结果比对情况，调整汞测定下限	将汞测定下限由“0.2 μg/g”调整至“0.5 μg/g”
3	5.5~5.8	配制的硝酸、混合酸未体现配制方式为体积比或是质量比	增加按体积比配制的相关描述，如“XXX 与水体积混合比为1:1，混匀”
4	5.9~5.39	标准溶液浓度表述需修改	标准溶液浓度增加“注：此溶液1 mL含1 mg XX”“注：此溶液1 mL含1 ng XX”等描述
5	5.13	“加入4 mL过氧化氢还原铬”未体现过氧化氢的浓度	补充为“φ=30%的过氧化氢”
6	5.13	铬酸钾化学式KCrO <sub>4</sub> 错误	将“KCrO <sub>4</sub> ”修改为“K <sub>2</sub> CrO <sub>4</sub> ”
7	5.17	铍标准贮存溶液使用了硫酸，与其他标准溶液的介质不同	修改铍标准贮存溶液的配制方式为：“称取ω <sub>Be</sub> ≥99.99%的金属铍1.000 0 g，置于150 mL烧杯中，加入50 mL硝酸（5.5）和5 mL盐酸（5.1），加热至溶解完全，取下冷却，补加50 mL硝酸（5.5），移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀”

序号	标准章节编号	意见内容	处理意见及理由
8	5.23	高纯碳酸钡配制标液过程描述不清晰	修改为“称取 1.437 0 g 经 105 °C 干燥 2 h 并置于干燥器中冷却至室温的 $\omega\text{BaCO}_3 \geq 99.99\%$ 的碳酸钡”
9	5.27	仅使用硝酸不能完全溶解铈	修改铈标准贮存溶液的配制方式为：“称取 3.593 0 g 经 105 °C 干燥 2 h 并置于干燥器中冷却至室温的 $\omega_{\text{(NH)}_4\text{CeCl}_6} \geq 99.99\%$ 的氯铈铵，置于 150 mL 烧杯中，加入 100 mL 盐酸 (5.1)，加热至溶解，冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀”
10	5.30、5.31、5.34、5.38、5.39	$\mu\text{g/L}$ 表述不规范	将“ $\mu\text{g/L}$ ”修改为“ $\text{ng/mL}$ ”
11	5	缺少采样市售标准溶液的相关描述	补充：“5.40 可分取单元素标准溶液储备液 (5.9~5.27) 配制多元素混合标准溶液，也可使用市售有证标准溶液”
12	6.1、表 A.1	质量扫描范围 amu 表述不规范	将“amu”修改为“u”
13	6.4	不需体现“一般实验室常用设备和仪器”	删除“一般实验室常用设备和仪器”
14	7.1.1、7.1.2	“样品”应描述为“试样”	将“样品”修改为“试样”
15	7.1.1	200 目标标准筛孔径为 0.075 mm	将“试样粒度应不大于 0.074 mm”修改为“0.075 mm”
16	表 2	试样量应修改为试料量	将表头“试样量”应修改为“试料量”
17	表 2、表 3	容量瓶体积描述不规范	将“容量瓶体积”修改为“定容体积”
18	8.2	ISO、ATM 标准中测定为 3 次-4 次	将测试次数修改为“应独立进行不少于两次的测定”
19	8.3.1.1.3	试样用水已有相关要求，去离子水描述不恰当。容量瓶体积描述不规范	修改为“加入 5 mL 混合酸 1 (5.7)，于电热板上加热至溶液体积剩余约 2 mL~3 mL，用约 10 mL 水冲洗杯壁，加热 5 min~10 min 至溶液清亮，取下冷却；按表 2 定容体积，将溶液转入容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀”
20	8.3.1.2	干过滤描述不规范	删除干过滤的描述
21	8.3.1.2	“容量瓶、比色管、聚四氟乙烯烧杯，以上器具均应在硝酸 (5.6) 中浸泡 12 h”描述不通顺	修改为“以上操作所用的聚四氟乙烯烧杯、容量瓶、比色管等器具均应在硝酸 (5.6) 中浸泡 12 h”
22	8.4.1	工作曲线的配制与“8.4.2 工作曲线绘制”意思相近，且实际内容为标准工作溶液的配制	将“工作曲线的配制”修改为“标准工作溶液的配制”
23	8.4.1.2	铜、铅、锌、铁、铝、钡标准与“8.4.1.1 银、锰、镍、钴、铬、镉、铈、铋、铍、砷、汞、硒标准工作溶液”是分别配制的，文本描述易产生歧义	修改为“分别移取 0.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、30.00 mL 铅、锌、钡混合标准溶液 C (5.34)，5.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铅、锌、钡混合标准溶液 B (5.33) 置于一组 100mL 容量瓶中；另分别移……”
24	9	计算公式中涉及 V1：分取试料溶液体积，V2：分取试料溶液稀释后体积。应明确样品未稀释时如何计算	在“试验数据处理”中补充“试料溶液未分取时，V2/V1 值为 1”

## 2) 征求意见阶段 (2022 年 9 月-2022 年 10 月)

2022 年 9 月 7 日，标准征求意见稿草案和标准编制说明征求意见稿通过黄金标委会秘书处审核，同意发函向黄金行业及全社会公开征求意见，公示期 60 天。

## 二、标准编制原则和标准主要工作内容的确定

### 1 编制原则

本标准根据 GB/T 1.1—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/T 20001.4—2015《标准编写规则 第 4 部分：试验方法标准》的规定起草。标准中简述了测定方法原理，确定了测定范围、所用试剂、试样要求、仪器测定条件及分析质量数的选择、分析操作步骤、计算公式、重复性限和再现性限等技术内容。

本标准在起草阶段，对国内金矿石组成及含量等进行了全面的调研。发出调研表 15 份，收回 15 份。国内金矿石组成及含量见表 4。

表 4 金矿石样品组成

单位为微克每克

元素	Cu	Pb	Zn	Ag	Fe	Mn	Ni	Co	Al	Cr	Cd	Sb
含量	100~10000	5.00~1000	0.1~1000	0.1~200	100~62300	0.10~50.0	0.10~5.00	<0.10	100~70000	0.10~5.00	<0.10	<0.10
元素	Bi	As	Hg	Se	Ba	Be	Au	K/%	N/%	S/%	SiO <sub>2</sub> /%	C/%
含量	0.10~50.0	0.10~200	<5.00	<0.10	5.0~1000	<0.10	0.1~100.0	0.10~10.0	0.10~10.0	0.10~15.0	>50	0.50~10.0

### 2 确定标准主要内容的论据

#### 2.1 样品制备

根据调研表及方法测定范围，共制备了 12 个金矿石试验样品（铜铁铝含量在 100 μg/g~10 000 μg/g、铅锌钡含量在 5.00 μg/g~1000 μg/g、银锰镍钴铬镉铋铊铋铷铯含量在 0.20 μg/g~200 μg/g）。为了解试验样品的组成，特对试验样品进行了主要成分的分析。并按照 GB/T 14505—2010《岩石和矿石化学分析方法 总则及一般规定》的相关要求，制备样品粒度不大于 0.074 mm。结果表明，该试验样均匀性满足此次方法制定所要求。

#### 2.2 仪器优化

对本试验所用仪器的几个重要参数，采用 10.00 μg/L 的调谐溶液（如 In 标）按仪器使用手册对仪器工作条件进行最佳化选择。综合分析电感耦合等离子体质谱仪的优化程序，考察了射频发生器功率、雾化气流量、辅助气流量、等离子气流量、进液泵速、采样深度、截取深度等对被测元素强度的影响，选择了本实验室的最佳仪器测量参数。

当以上条件确定之后对所用仪器进行了性能测试（内标元素、测定稳定性和同位素选择、灵敏度、检出限、测定下限、线性范围），试验结果表明，所用仪器性能满足测试要求。

## 2.3 方法优化

### 2.3.1 试样量

试样量为 0.05 g~0.20 g 时，测定结果基本一致，由于试样量越大基体越高，仪器干扰越大，本方法部分选择试样量为 0.10 g。

### 2.3.2 试样分解

对试样分解用到的硝酸、氢氟酸、高氯酸、盐酸硝酸混合酸、溶样时间分别进行单因素变化试验，试验结果表明：硝酸加入量为 3 mL~8 mL 时，测定结果基本一致；选择硝酸加入量为 8 mL；氢氟酸加入量为 5 mL~15 mL 时，测定结果基本一致；选择氢氟酸加入量为 5 mL；高氯酸加入量为 1 mL~4 mL，测定结果基本一致；选择高氯酸加入量为 2 mL；溶液介质的选择，硝酸介质与盐酸硝酸混合酸介质，测定结果基本一致；选择盐酸硝酸混合酸介质；盐酸硝酸混合酸加入量 3 mL~10 mL，测定结果基本一致；选择盐酸硝酸混合酸量为 5 mL；（汞、硒）稀盐酸硝酸混合酸加入量为 5 mL~15 mL 时，测定结果基本一致；选择混酸加入量为 8 mL；（汞、硒）溶样时间为 1 h~2.5 h 时，测定结果基本一致；选择溶样时间为 2 h。

## 2.4 干扰试验

按照被测同位素无干扰、丰度高的原则，选择各待测元素的质量数。分别选择 9Be、27Al、52Cr、55Mn、57Fe、59Co、60Ni、65Cu、66Zn、75As、82Se、107Ag、111Cd、121Sb、137Ba、201Hg、208Pb、209Bi 进行测定。但是在实际样品验证过程中发现汞选用不同的质量数其结果相差较大，具体情况见表 5。

表 5 不同实验室、不同质量数汞的结果

质量数	198		199		200		201		202		测汞仪		
试验样实验室	结果/ ( $\mu\text{g/g}$ )												山东恒邦
	紫金	长黄院	紫金	长黄院	紫金	长黄院	紫金	长黄院	紫金	长黄院	紫金	长黄院	
14#	14.7	3.5	4.9	2.5	7.5	2.7	0.3	6.1	6.3	8.1	0.02	0.01	0.02
15#	24.5	7.6	8.5	5.5	12.9	6.1	0.7	5.6	9.4	9.9	0.26	0.22	/
16#	11.2	3.0	3.8	2.2	5.8	3.0	0.1	3.2	4.1	7.3	0.06	0.02	/
GBW07404 (0.59±0.05)	0.7	0.6	0.6	0.6	0.6	1.2	0.5	5.3	0.6	11.7	0.42	0.44	/
GBW07163 (17±3)	20.6	10.9	18.5	10.4	18.9	11.1	17.6	11.5	18.6	25.9	17.6	17	/
质量数	198		199		200		201		202		AFS		

试验样 实验室	结果/ ( $\mu\text{g/g}$ )											
	北矿 检测	山东 恒邦	北矿 检测	山东 恒邦	北矿 检测	山东恒 邦	北矿 检测	山东 恒邦	北矿 检测	山东 恒邦	紫金	北矿检测
14#	17.0	4.9	5.8	1.7	8.9	2.5	0.3	0.2	6.5	1.8	0.03	0.67
15#	26.2	/	9.0	/	13.8	/	1.2	/	9.9	/	0.32	0.22
16#	9.3	/	3.3	/	4.9	/	0.4	/	3.5	/	0.06	3.32
GBW07404 (0.59± 0.05)	0.7	/	0.6	/	0.6	/	0.6	/	0.6	/	0.61	0.56
GBW07163 (17±3)	20.0	/	16.3	/	17.2	/	18.1	/	16.7	/	16.0	16.0
备注：“/”代表此单位没检测此样品。												

因此，对于汞的测定应根据不同的样品、不同的设备选择合适的质量数。

另外根据金矿石中主要杂质元素（主要为 Au、Ag、Cu、Pb、Zn、Fe、Al、Ba）含量，进行加干扰元素回收试验。分别移取 2.00 mL、10.00 mL 银、锰、镍、钴、铬、镉、铈、铍、砷、汞、硒混合标准溶液（5.29）（1000  $\mu\text{g/L}$ ）于一组 50 mL 容量瓶中，再加入 10  $\mu\text{g}$  金、50  $\mu\text{g}$  银、300  $\mu\text{g}$  铜、铅、锌、钡、5000  $\mu\text{g}$  铁、铝，进行纯标准干扰试验，结果见表 6。

表 6 纯标准干扰试验

元素	标准加入量/ $\mu\text{g}$	干扰元素加入量	测定量/ $\mu\text{g}$	回收率/%
Mn	2.00 $\mu\text{g}$	Cu、Pb、Zn、Ba: 300 $\mu\text{g}$ Fe、Al: 5000 $\mu\text{g}$ Au: 10 $\mu\text{g}$ Ag: 50 $\mu\text{g}$	1.94	97.1
Ni			1.97	98.5
Co			2.00	100
Cr			2.10	109
Cd			1.99	99.3
Sb			2.08	104
Bi			2.15	108
Be			1.84	92.0
As			2.07	104
Hg			2.09	104
Se			2.16	108
元素			标准加入量/ $\mu\text{g}$	干扰元素加入量
Mn	10.00 $\mu\text{g}$	Cu、Pb、Zn、Ba: 300 $\mu\text{g}$ Fe、Al: 5000 $\mu\text{g}$ Au: 10 $\mu\text{g}$ Ag: 50 $\mu\text{g}$	9.94	99.4
Ni			11.20	112
Co			10.15	102



Cr			9.91	99.1
Cd			9.94	99.4
Sb			10.39	104
Bi			11.10	111
Be			9.28	92.8
As			9.98	99.8
Hg			10.11	101
Se			9.58	95.9

从表 6 可以看出,回收率在 92.0%~111%之间,表明主要共存高含量元素对纯标准(低含量元素)的测定无明显干扰。

## 2.5 精密度试验

对 12 个试验样品,按样品处理方法连续测定 9 次。精密度数据见表 7、表 8。表 7、表 8 可以说明本方法具有良好的精密度。

表 7 各实验室平均值表

单位为微克每克

实验室 i-Cu	水平 j				
	1#	2#	3#	4#	5#
	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$
1	107	345	875	4069	8114
2	104	337	894	4010	8035
3	/	338	858	3925	8114
4	105	351	909	4092	8126
5	110	354	877	3918	8065
6	102	354	/	3921	/
7	108	344	875	4067	8112
8	104	349	885	4022	8096
9	105	345	878	4060	8117
10	109	347	868	4043	8068
11	105	350	869	4040	8147
实验室 i-Pb	水平 j				
	1#	2#	3#	4#	5#
	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$
1	5.6	57.6	253	547	826
2	5.2	/	261	547	829
3	5.8	/	264	563	826
4	/	/	/	533	812
5	5.5	57.6	/	548	854
6	5.6	57.5	255	555	794
7	5.6	57.6	252	545	825
8	5.9	/	255	524	811
9	6.0	59.4	256	542	825
10	5.6	57.4	251	545	835
11	5.7	56.6	258	539	835

实验室 i-Zn	水平 j				
	1#	2#	3#	4#	5#
	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$
1	6.9	62.3	233	491	737
2	6.2	61.8	236	488	747
3	7.4	57.5	224	482	737
4	8.0	54.8	248	480	720
5	7.3	64.4	/	504	/
6	5.0	/	245	466	743
7	7.0	62.6	233	492	736
8	7.3	59.2	234	484	727
9	7.2	61.1	239	497	733
10	7.1	62.5	236	496	741
11	6.7	65.2	229	496	744
实验室 i-Ag	水平 j				
	1#	2#	3#	4#	5#
	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$
1	0.8	10.6	20.5	96.7	166
2	0.8	10.2	20.8	101	171
3	0.8	10.8	/	94.0	163
4	0.8	11.0	21.1	99.2	168
5	0.7	10.9	20.5	/	/
6	0.7	10.7	20.5	96.6	165
7	0.7	10.7	20.5	97.0	166
8	0.9	10.8	/	/	/
9	0.6	10.9	20.6	100	170
10	0.7	10.7	20.1	95.6	162
11	0.7	10.9	19.5	97.8	162
实验室 i-Fe	水平 j				
	1#	2#	3#	4#	5#
	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$
1	142	735	1658	3724	9921
2	137	749	1674	3772	9878
3	/	709	1700	3742	9687
4	146	742	1667	3564	9945
5	140	745	1657	3783	9906
6	/	705	/	3630	/
7	143	734	1655	3721	9920
8	149	717	1591	3615	9804
9	142	731	1625	3730	9914
10	143	737	1641	/	9996
11	134	754	1685	3693	9919
实验室 i-Mn	水平 j				
	1#	2#	3#	4#	5#
	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$
1	1.3	12.4	32.0	112	182
2	1.4	13.2	33.2	113	183
3	/	11.5	31.5	104	/
4	1.4	12.2	32.3	112	182
5	1.3	12.5	/	113	/
6	/	12.5	/	/	182
7	1.3	12.5	31.9	111	181
8	1.3	12.1	30.9	118	/
9	1.4	12.4	32.4	112	179
10	1.3	12.2	32.0	111	181

11	1.2	12.1	32.6	110	183
实验室 i-Ni	水平 j				
	1#	2#	3#	4#	5#
	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$
1	0.5	7.3	28.7	105	175
2	0.4	7.5	27.5	108	177
3	0.5	7.4	/	99	/
4	0.7	7.0	27.2	105	175
5	0.5	7.3	28.4	103	174
6	0.5	7.3	28.9	/	176
7	0.5	7.4	28.6	105	176
8	0.7	7.0	28.9	100	173
9	0.5	7.0	27.1	107	176
10	0.5	7.2	29.0	106	176
11	0.5	7.1	29.4	104	174
实验室 i-Co	水平 j				
	1#	2#	3#	4#	5#
	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$
1	0.7	19.6	41.4	117	190
2	0.7	/	40.2	120	190
3	0.8	19.1	41.9	/	/
4	0.8	19.9	39.9	119	190
5	0.7	19.6	41.4	118	/
6	0.8	/	41.7	118	191
7	0.8	19.5	41.6	117	190
8	0.7	19.6	38.9	/	/
9	0.7	20.0	40.1	121	188
10	0.7	19.9	41.6	119	/
11	0.7	20.7	40.1	119	188
实验室 i-Al	水平 j				
	1#	2#	3#	4#	5#
	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$
1	144	751	1860	4548	8497
2	/	752	1853	4578	8482
3	/	724	1743	/	8117
4	143	744	1868	/	8725
5	146	731	1914	4547	8532
6	144	726	1784	/	8483
7	142	753	1861	4546	8496
8	145	745	1929	/	8532
9	144	754	1851	4603	8555
10	144	749	1882	4589	8532
11	141	756	/	4516	8512
实验室 i-Cr	水平 j				
	1#	2#	3#	4#	5#
	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$
1	1.8	14.9	33.5	/	179
2	1.7	14.7	34.7	115	/
3	1.8	12.5	/	/	/
4	1.8	13.8	33.5	113	180
5	1.8	14.9	33.0	/	/
6	1.6	15.0	/	112	179
7	1.7	14.7	33.6	114	179
8	1.9	14.1	32.7	/	/
9	1.9	14.5	34.4	114	184

10	1.8	14.8	33.6	112	180
11	1.7	13.6	34.8	111	180
实验室 i-Cd	水平 j				
	1#	2#	3#	4#	5#
	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$
1	0.7	9.3	21.4	98.9	172
2	0.8	10.1	20.9	101	171
3	0.7	9.3	21.2	/	/
4	0.6	10.3	20.9	99.4	170
5	0.8	9.3	21.5	/	172
6	0.7	9.4	20.0	98.7	/
7	0.7	9.3	21.4	100	172
8	0.6	9.6	21.3	/	/
9	0.7	9.8	20.5	99.4	168
10	0.7	9.2	21.5	98.1	173
11	0.8	10.4	20.3	103	170
实验室 i-Sb	水平 j				
	1#	2#	3#	4#	5#
	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$
1	0.4	9.8	20.7	99.2	174
2	0.4	10.1	20.5	101	170
3	0.5	/	21.1	102	/
4	0.5	10.3	20.9	99.5	171
5	0.4	/	20.7	/	173
6	0.4	10.3	20.6	99.2	174
7	0.4	9.9	20.7	99.6	173
8	0.4	9.9	/	91.6	/
9	0.4	10.0	20.4	99.4	169
10	0.4	9.3	20.6	99.3	173
11	0.3	10.2	19.6	102	171

敏

实验室 i-Bi	水平 j				
	1#	2#	3#	4#	5#
	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$
1	0.8	12.8	33.0	116	193
2	0.7	13.0	33.0	113	183
3	0.7	11.5	/	102	183
4	0.7	11.8	32.2	112	181
5	0.7	12.9	/	119	190
6	0.5	12.2	35.3	117	193
7	0.8	12.9	32.8	115	191
8	0.9	12.2	32.8	/	192
9	0.5	12.6	32.5	112	179
10	0.8	13.0	33.0	118	195
11	0.7	13.2	31.1	113	190
实验室 i-As	水平 j				
	1#	2#	3#	4#	5#
	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$
1	1.1	11.7	55.9	124	199
2	1.2	11.3	/	123	199
4	/	11.6	56.4	125	208
5	1.1	/	53.0	122	194
6	1.1	/	55.7	119	/
7	1.1	11.7	55.3	124	200
8	1.2	/	58.8	133	202

9	1.1	10.5	55.8	124	200
10	1.2	11.9	55.4	128	198
11	1.0	12.0	54.6	127	203
实验室 i-Hg	水平 j				
	1#	2#	3#	4#	5#
	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$
1	0.6	6.3	22.7	105	177
2	0.6	6.3	/	107	174
3	0.6	5.9	20.5	108	179
4	0.5	6.0	19.9	105	172
5	0.6	6.3	20.2	101	171
6	0.6	5.8	22.6	97	/
7	0.6	6.5	25.6	109	/
8	0.5	6.0	20.1	105	171
9	0.6	6.1	20.0	99	170
10	/	/	/	/	/
11	/	7.2	/	/	/
实验室 i-Se	水平 j				
	1#	2#	3#	4#	5#
	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$
1	0.7	5.2	23.5	104	170
2	0.7	5.4	25.3	105	175
3	0.6	5.8	21.9	98.3	164
4	0.7	5.4	23.3	103	170
5	0.8	5.2	/	110	173
6	0.7	5.3	25.4	104	170
7	0.7	5.3	23.4	105	170
8	0.8	5.4	/	97.5	/
9	0.8	5.1	23.8	105	168
10	0.7	5.2	23.8	103	169
11	0.7	5.1	24.3	107	173
实验室 i-Ba	水平 j				
	1#	2#	3#	4#	5#
	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$
1	7.3	60.5	257	554	840
2	6.3	62.2	259	561	837
3	6.4	/	259	/	840
4	7.9	60.7	256	545	801
5	7.1	/	/	548	820
6	7.5	60.6	242	/	835
7	7.6	60.1	258	554	838
8	7.8	61.4	258	552	818
9	7.6	62.3	255	549	825
10	7.2	60.4	252	547	830
11	7.5	59.5	251	561	845
实验室 i-Be	水平 j				
	1#	2#	3#	4#	5#
	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$	$\bar{y}_{ij}$
1	0.3	9.3	19.9	90.5	169
2	0.3	10.2	20.2	100	170
3	0.2	9.9	19.3	94.8	168
4	0.3	9.6	20.2	94.4	169
5	0.3	/	20.4	101	/
6	0.4	9.3	19.9	90.7	169
7	0.3	9.4	19.8	91.0	170

8	0.3	/	18.4	105	167
9	0.3	9.9	20.3	98.8	168
10	0.3	/	20.0	92.6	169
11	0.3	9.7	20.7	88.7	171

表 8 各实验室的精密度 (以 RSD 统计)

RSD/% 水平 j 实验室 i-Cu		1#	2#	3#	4#	5#
		1	3.58	2.35	2.10	1.34
2	4.03	1.22	0.81	0.18	0.33	
3	/	3.25	0.98	1.84	0.75	
4	2.73	1.73	1.12	1.51	1.39	
5	3.82	2.57	1.77	1.61	0.55	
6	4.04	2.57	/	1.98	/	
7	3.65	1.49	1.11	0.58	0.29	
8	3.45	2.10	1.33	1.70	1.19	
9	1.03	0.03	0.60	0.32	0.20	
10	3.39	2.18	1.76	1.08	1.33	
11	0.28	1.13	2.19	0.98	0.60	
RSD/% 水平 j 实验室 i-Pb		1#	2#	3#	4#	5#
		1	3.37	0.99	0.67	1.04
2	1.52	/	0.58	0.93	0.53	
3	3.24	/	0.81	1.99	1.34	
4	/	/	/	2.32	1.79	
5	3.34	0.86	/	2.14	1.88	
6	2.31	0.55	1.15	2.29	2.08	
7	1.79	0.28	0.59	0.61	1.05	
8	2.31	/	1.45	2.36	2.38	
9	1.78	0.58	1.16	1.29	0.36	
10	4.02	0.78	1.18	1.37	1.70	
11	2.11	0.74	0.53	1.28	1.46	
RSD/% 水平 j 实验室 i-Zn		1#	2#	3#	4#	5#
		1	8.92	5.72	3.44	2.65
2	1.24	2.10	1.86	0.60	0.94	
3	8.00	4.06	3.37	2.61	1.39	
4	1.76	1.86	3.18	2.08	1.77	
5	6.70	4.61	/	1.95	/	
6	9.86	/	3.35	2.31	2.49	
7	3.06	3.07	1.72	2.26	0.91	
8	4.57	2.19	2.71	2.30	2.19	
9	1.22	0.23	1.19	0.50	0.64	
10	6.70	3.59	3.05	2.44	1.91	
11	4.88	4.66	3.45	2.96	1.50	
RSD/% 水平 j 实验室 i-Ag		1#	2#	3#	4#	5#

1	8.65	4.30	0.71	1.23	1.15
2	3.92	0.88	0.14	0.36	0.49
3	5.45	3.83	/	1.72	1.89
4	10.69	7.77	0.89	0.77	0.47
5	6.98	3.41	0.50	/	/
6	6.82	5.30	0.54	0.61	1.78
7	6.66	3.93	0.61	1.06	0.86
8	6.45	5.51	/	/	/
9	4.97	1.04	0.26	1.03	1.09
10	8.02	5.85	1.55	2.44	2.25
11	8.68	5.17	0.65	1.24	1.28
RSD/% 水平 j 实验室 i-Fe	1#	2#	3#	4#	5#
1	5.14	3.80	1.55	2.33	1.38
2	3.96	0.90	1.48	0.18	0.32
3	/	3.21	1.64	0.80	1.12
4	5.93	4.20	0.86	1.02	0.23
5	4.55	3.76	2.70	1.35	0.75
6	/	4.63	/	1.87	/
7	3.06	1.22	1.10	0.53	0.62
8	3.82	1.82	2.51	1.08	0.82
9	0.06	0.56	0.06	1.74	0.61
10	4.25	2.67	1.56		1.31
11	3.07	3.42	1.43	1.49	0.87
RSD/% 水平 j 实验室 i-Mn	1#	2#	3#	4#	5#
1	3.46	2.90	1.34	2.14	0.96
2	2.26	2.98	1.19	0.60	0.54
3	/	4.57	1.45	2.51	/
4	5.78	1.36	0.45	0.55	0.59
5	3.99	1.49	/	2.38	/
6	/	1.44	/	/	1.61
7	3.34	2.60	1.04	1.97	0.95
8	5.30	1.78	2.04	3.59	/
9	3.95	3.04	1.07	1.72	1.74
10	5.22	2.97	1.45	2.94	0.73
11	2.11	1.35	1.02	1.96	1.08
RSD/% 水平 j 实验室 i-Ni	1#	2#	3#	4#	5#
1	6.34	3.03	1.71	1.25	0.52
2	2.02	2.73	0.74	0.46	0.49
3	6.88	4.10	/	1.88	/
4	7.38	1.64	1.18	0.56	0.43
5	8.40	2.50	1.48	1.91	1.03
6	8.55	1.06	0.83	/	0.79
7	8.53	2.39	1.56	1.25	0.80
8	8.18	2.09	1.77	2.83	1.60
9	6.50	0.71	0.32	1.53	1.68
10	5.47	3.44	1.94	2.27	1.83
11	4.54	2.86	1.34	1.36	0.34

RSD/% 实验室 i-Co	水平 j					
		1#	2#	3#	4#	5#
1		2.05	1.04	1.45	1.09	0.58
2		1.23	/	1.73	0.69	0.42
3		2.63	1.68	0.98	/	/
4		3.33	0.75	0.70	0.45	0.44
5		6.06	2.23	1.83	1.66	/
6		7.28	/	1.15	1.15	0.41
7		6.82	0.85	0.94	0.72	0.73
8		8.34	2.49	2.46	/	/
9		8.55	0.17	0.61	1.50	0.85
10		3.79	1.95	1.24	1.98	/
11		2.66	0.73	2.00	0.59	0.92
RSD/% 实验室 i-A1	水平 j					
		1#	2#	3#	4#	5#
1		4.94	3.45	2.76	2.71	1.42
2		/	0.70	1.36	0.31	0.20
3		/	2.40	2.50	/	2.31
4		1.76	1.78	1.92	/	1.26
5		4.54	4.42	1.25	2.06	2.53
6		4.06	5.04	3.00	/	2.87
7		2.51	1.06	0.98	0.76	0.41
8		3.79	3.08	2.44	/	1.12
9		1.63	0.22	0.03	1.02	0.89
10		3.46	3.21	2.59	1.51	2.11
11		4.44	2.43		1.51	0.98
RSD/% 实验室 i-Cr	水平 j					
		1#	2#	3#	4#	5#
1		5.59	4.58	3.50	/	1.14
2		2.53	3.25	1.38	0.24	/
3		7.82	2.95	/	/	/
4		3.99	0.95	1.56	0.65	0.49
5		2.97	0.84	3.00	/	/
6		9.45	3.10	/	1.38	0.99
7		5.45	2.20	2.81	2.09	1.09
8		3.96	2.30	2.68	/	/
9		2.56	2.25	0.91	0.31	0.32
10		3.53	4.68	1.91	2.22	1.76
11		3.65	1.91	2.30	1.90	1.31



RSD/% 实验室 i-Cd	水平 j					
		1#	2#	3#	4#	5#
1		2.40	3.64	0.59	0.99	0.75
2		4.04	0.44	0.15	0.37	0.50
3		3.46	1.11	2.10	/	/
4		6.36	3.49	1.96	0.73	0.74
5		5.59	0.73	1.42	/	1.02
6		4.52	1.07	2.92	0.93	/
7		2.76	3.12	0.70	0.76	0.95
8		8.60	3.86	2.54	/	/
9		3.67	4.84	0.39	0.87	1.54
10		3.07	4.28	1.11	0.94	1.45
11		3.17	2.67	2.44	1.22	0.68
RSD/% 实验室 i-Sb	水平 j					
		1#	2#	3#	4#	5#
1		7.17	2.07	1.44	1.42	0.85
2		3.62	0.80	0.08	0.37	0.50
3		8.02	/	1.53	2.05	/
4		6.38	2.50	2.37	0.68	0.88
5		11.81	/	0.83	/	1.17
6		7.27	4.12	1.34	1.28	0.97
7		5.16	1.16	1.64	1.14	0.83
8		9.64	2.99	/	1.23	/
9		4.20	2.11	0.46	1.01	0.87
10		6.33	3.73	1.77	2.07	1.33
11		6.49	2.23	1.34	1.18	0.76
RSD/% 实验室 i-Bi	水平 j					
		1#	2#	3#	4#	5#
1		4.25	3.19	2.13	1.91	1.45
2		1.00	4.52	1.78	0.73	0.56
3		4.94	3.13	/	2.85	3.55
4		11.27	1.63	1.30	0.54	0.58
5		4.91	4.43	/	2.06	2.71
6		8.66	5.43	2.78	1.91	1.37
7		5.63	2.41	1.85	2.22	1.39
8		8.51	3.97	2.11	/	3.29
9		14.68	4.57	1.60	1.04	2.48
10		5.15	3.40	1.41	1.92	1.67
11		5.00	2.91	1.43	1.23	0.87

RSD/% 实验室 i-As	水平 j					
		1#	2#	3#	4#	5#
1		4.90	1.48	1.57	1.57	1.65
2		2.12	1.27	/	1.96	0.82
3		/	2.91	1.03	0.54	1.06
4		8.38	/	2.75	3.87	2.85
5		6.09	/	1.34	3.16	/
6		2.42	0.77	1.82	1.72	1.10
7		6.30	/	2.29	2.92	2.03
8		2.40	2.93	0.49	1.56	0.50
9		7.50	1.66	2.00	2.55	2.46
10		4.35	0.72	1.05	1.83	1.33
RSD/% 实验室 i-Hg	水平 j					
		1#	2#	3#	4#	5#
1		6.09	1.97	3.30	3.66	2.06
2		3.90	2.16	/	3.81	2.41
3		6.14	3.37	1.50	1.54	1.51
4		4.61	2.00	1.26	0.66	0.85
5		1.77	2.98	1.45	1.24	1.86
6		4.71	2.22	3.38	2.20	/
7		3.90	1.64	1.84	3.19	/
8		4.36	2.09	1.52	0.54	0.62
9		4.76	2.34	1.74	0.80	0.24
10		/	/	/	/	/
11		/	2.22	/	/	/
RSD/% 实验室 i-Se	水平 j					
		1#	2#	3#	4#	5#
1		5.39	4.01	1.33	2.44	2.05
2		3.71	3.58	0.77	0.18	0.11
3		2.81	4.16	1.56	1.65	1.81
4		4.95	2.70	1.38	0.74	0.90
5		4.72	3.58	/	2.72	1.23
6		4.09	3.61	2.47	3.54	0.97
7		3.47	1.74	1.33	2.00	0.95
8		6.45	3.65	/	3.68	/
9		4.61	1.04	0.56	1.53	2.23
10		5.54	3.33	2.08	2.90	1.89
11		4.68	2.53	1.32	1.38	1.56
RSD/% 实验室 i-Ba	水平 j					
		1#	2#	3#	4#	5#

1	8.60	2.11	1.62	1.82	1.89
2	2.38	1.77	0.94	1.38	0.98
3	8.02	/	1.92	/	1.89
4	5.02	1.13	3.61	2.36	2.31
5	7.36	/	/	1.60	1.33
6	6.73	1.88	3.41	/	3.18
7	3.15	1.87	0.94	1.86	1.14
8	4.66	1.90	2.59	1.63	2.06
9	1.15	0.47	1.43	1.12	0.43
10	6.91	1.83	2.70	1.63	2.10
11	2.76	2.45	1.07	1.63	1.59
RSD/% 水平 j 实验室 i-Be	1#	2#	3#	4#	5#
1	2.41	1.38	2.73	3.17	1.35
2	5.25	0.60	0.08	0.36	0.48
3	2.99	1.72	2.78	3.21	2.40
4	7.06	1.77	2.03	0.86	0.50
5	8.52	/	3.39	1.51	/
6	6.24	1.03	1.84	1.45	1.38
7	3.75	0.99	2.53	1.68	0.88
8	8.01	/	4.47	2.00	1.70
9	8.21	1.36	0.63	1.31	1.74
10	4.09	/	2.38	3.25	1.91
11	4.24	1.05	1.87	2.36	0.83
备注：“/”代表统计离群值，不显示。					

## 2.6 准确度试验

### 2.6.1 纯标准的全过程加标回收试验

分别移取一组不同含量的铜铅锌银锰镍钴铬镉锑铋铍铁铝钡砷硒汞标准溶液进行全过程加标回收试验。试验结果表明，纯标准的全过程加标回收率为 88%~118%。

### 2.6.2 试验样加纯标准的全过程加标回收试验

通过试验样加入不同含量的铜铅锌银锰镍钴铬镉锑铋铍铁铝钡砷硒汞标准溶液进行全过程加标回收试验。试验结果表明，试样加纯标准的全过程加标回收率为 81%~119%。

### 2.6.3 部分元素的方法及仪器比对

从表 9 可以看出，该方法具有很高的准确度。

表 9 部分元素方法及仪器比对结果

样品编号	元素	仪 器			GB/T 20899.12—2016
		本方法结果/( $\mu\text{g/g}$ )	原子吸收结果/( $\mu\text{g/g}$ )	ICP 结果	原子荧光
试验样 1#	Cu	1810	1831	/	/
	Pb	560	554	/	/
试验样 7#	Cu	875	901	/	/
	As	11.74	/	/	11.69
	Fe	1658	/	1696	/
	Al	1860	/	2007	/

## 2.7 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，计算出本方法的重复性限和再现性限，结果见表 10 和表 11。

表 10 重复性限和再现性限（按统计规则计算得出）

铜含量/( $\mu\text{g/g}$ )	106	347	879	4015	8099
重复性限 ( $r$ )	10	20	36	150	194
再现性限 ( $R$ )	12	25	53	231	<b>206</b>
铅含量/( $\mu\text{g/g}$ )	5.6	57.7	256	544	825
重复性限 ( $r$ )	0.4	1.2	7	26	36
再现性限 ( $R$ )	0.8	2.5	14	39	56
锌含量/( $\mu\text{g/g}$ )	6.9	61.1	236	489	737
重复性限 ( $r$ )	1.1	6.3	19	30	34
再现性限 ( $R$ )	2.4	10.8	27	41	<b>39</b>
银含量/( $\mu\text{g/g}$ )	0.7	10.7	20.4	97.5	166
重复性限 ( $r$ )	0.2	1.4	<b>0.4</b>	3.5	6
再现性限 ( $R$ )	0.3	1.5	<b>1.3</b>	7.0	11
铁含量/( $\mu\text{g/g}$ )	142	732	1655	3697	9889
重复性限 ( $r$ )	16	63	77	145	247
再现性限 ( $R$ )	20	75	114	244	336
锰含量/( $\mu\text{g/g}$ )	1.3	12.3	32.1	112	182
重复性限 ( $r$ )	0.2	0.9	1.2	7	<b>6</b>
再现性限 ( $R$ )	<b>0.2</b>	1.4	2.1	12	<b>6</b>
镍含量/( $\mu\text{g/g}$ )	0.5	7.2	28.4	104	175
重复性限 ( $r$ )	0.1	0.5	1.1	5	<b>5</b>
再现性限 ( $R$ )	0.2	0.7	2.6	10	<b>6</b>
钴含量/( $\mu\text{g/g}$ )	0.7	19.8	40.8	119	189
重复性限 ( $r$ )	0.1	0.8	1.7	4	<b>3</b>
再现性限 ( $R$ )	0.2	1.5	3.2	6	<b>5</b>
铝含量/( $\mu\text{g/g}$ )	144	744	1854	4561	8497
重复性限 ( $r$ )	15	61	109	206	403
再现性限 ( $R$ )	<b>14</b>	66	187	<b>206</b>	557

铬含量/ (μg/g)	1.7	14.3	33.8	113	180
重复性限 (r)	0.2	1.2	2.2	5	6
再现性限 (R)	0.3	2.5	3.0	<b>5</b>	7
镉含量/ (μg/g)	0.7	9.6	21.0	99.8	171
重复性限 (r)	0.1	0.8	1.0	2.5	5
再现性限 (R)	0.2	1.5	1.8	8.9	<b>5</b>
铋含量/ (μg/g)	0.4	10.0	20.6	99.3	172
重复性限 (r)	0.1	0.7	0.8	3.8	5
再现性限 (R)	0.2	1.1	1.4	9.1	<b>7</b>
铊含量/ (μg/g)	0.7	12.5	32.9	114	188
重复性限 (r)	0.1	1.3	1.8	6	11
再现性限 (R)	0.3	2.0	3.5	15	19
砷含量/ (μg/g)	1.1	11.5	55.7	125	200
重复性限 (r)	0.2	0.6	2.7	8	10
再现性限 (R)	<b>0.2</b>	1.5	5.0	13	14
汞含量/ (μg/g)					
重复性限 (r)					
再现性限 (R)					
硒含量/ (μg/g)	0.7	5.3	23.8	104	170
重复性限 (r)	0.1	0.5	1.0	7	<b>7</b>
再现性限 (R)	0.2	0.7	3.1	12	<b>11</b>
钡含量/ (μg/g)	7.3	60.8	255	552	830
重复性限 (r)	1.2	3.1	16	27	44
再现性限 (R)	1.9	3.9	21	30	55
铍含量/ (μg/g)	0.3	9.7	19.9	95.2	169
重复性限 (r)	0.1	0.4	1.4	5.7	7
再现性限 (R)	<b>0.1</b>	1.0	2.2	15.8	<b>8</b>

表 11 重复性限和再现性限 (人工调整)

铜含量/ (μg/g)	106	347	879	4015	8099
重复性限 (r)	10	<b>25</b>	<b>40</b>	<b>230</b>	<b>404</b>
再现性限 (R)	<b>13</b>	<b>50</b>	<b>103</b>	<b>301</b>	<b>606</b>
铅含量/ (μg/g)	5.6	57.7	256	544	825
重复性限 (r)	<b>1.0</b>	<b>5.2</b>	<b>26</b>	<b>36</b>	<b>50</b>
再现性限 (R)	<b>1.8</b>	<b>9.5</b>	<b>39</b>	<b>56</b>	<b>99</b>
锌含量/ (μg/g)	6.9	61.1	236	489	737
重复性限 (r)	1.1	6.3	19	30	34
再现性限 (R)	2.4	10.8	27	41	<b>60</b>
银含量/ (μg/g)	0.7	10.7	20.4	97.5	166
重复性限 (r)	<b>0.3</b>	<b>0.7</b>	<b>1.4</b>	<b>5.5</b>	<b>12</b>
再现性限 (R)	<b>0.4</b>	<b>2.1</b>	<b>3.3</b>	<b>12.0</b>	<b>21</b>
铁含量/ (μg/g)	142	732	1655	3697	9889
重复性限 (r)	16	<b>35</b>	<b>87</b>	<b>245</b>	<b>447</b>

再现性限 ( $R$ )	20	75	<b>214</b>	<b>344</b>	<b>636</b>
锰含量/ ( $\mu\text{g/g}$ )	1.3	12.3	32.1	112	182
重复性限 ( $r$ )	<b>0.4</b>	<b>1.2</b>	<b>2.4</b>	7	<b>12</b>
再现性限 ( $R$ )	<b>0.6</b>	<b>2.0</b>	<b>4.1</b>	12	<b>24</b>
镍含量/ ( $\mu\text{g/g}$ )	0.5	7.2	28.4	104	175
重复性限 ( $r$ )	<b>0.2</b>	<b>1.0</b>	<b>2.1</b>	5	<b>13</b>
再现性限 ( $R$ )	<b>0.3</b>	<b>1.7</b>	<b>3.6</b>	10	<b>22</b>
钴含量/ ( $\mu\text{g/g}$ )	0.7	19.8	40.8	119	189
重复性限 ( $r$ )	<b>0.3</b>	<b>1.8</b>	<b>2.2</b>	<b>8</b>	<b>11</b>
再现性限 ( $R$ )	<b>0.4</b>	<b>2.5</b>	<b>4.2</b>	<b>16</b>	<b>23</b>
铝含量/ ( $\mu\text{g/g}$ )	144	744	1854	4561	8497
重复性限 ( $r$ )	15	<b>36</b>	109	206	403
再现性限 ( $R$ )	<b>20</b>	66	<b>221</b>	<b>321</b>	<b>657</b>
铬含量/ ( $\mu\text{g/g}$ )	1.7	14.3	33.8	113	180
重复性限 ( $r$ )	<b>0.4</b>	1.2	2.2	<b>7</b>	<b>12</b>
再现性限 ( $R$ )	<b>0.6</b>	2.5	<b>4.0</b>	<b>13</b>	<b>23</b>
镉含量/ ( $\mu\text{g/g}$ )	0.7	9.6	21.0	99.8	171
重复性限 ( $r$ )	<b>0.3</b>	0.8	<b>1.5</b>	<b>5.8</b>	<b>11</b>
再现性限 ( $R$ )	<b>0.4</b>	<b>1.9</b>	<b>2.8</b>	<b>10.9</b>	<b>21</b>
铈含量/ ( $\mu\text{g/g}$ )	0.4	10.0	20.6	99.3	172
重复性限 ( $r$ )	<b>0.2</b>	<b>1.3</b>	1.8	3.8	<b>9</b>
再现性限 ( $R$ )	<b>0.3</b>	<b>1.8</b>	<b>2.7</b>	9.1	<b>17</b>
钪含量/ ( $\mu\text{g/g}$ )	0.7	12.5	32.9	114	188
重复性限 ( $r$ )	<b>0.3</b>	1.3	1.8	6	11
再现性限 ( $R$ )	<b>0.4</b>	2.0	3.5	15	19
砷含量/ ( $\mu\text{g/g}$ )	1.1	11.5	55.7	125	200
重复性限 ( $r$ )	<b>0.3</b>	0.6	2.7	8	10
再现性限 ( $R$ )	<b>0.5</b>	1.5	5.0	13	<b>19</b>
汞含量/ ( $\mu\text{g/g}$ )	0.6	6.2	21.5	104	174
重复性限 ( $r$ )	<b>0.2</b>	<b>1.1</b>		7	
再现性限 ( $R$ )	<b>0.4</b>	<b>1.6</b>		13	
硒含量/ ( $\mu\text{g/g}$ )	0.7	5.3	23.8	104	170
重复性限 ( $r$ )	<b>0.3</b>	<b>0.9</b>	1.0	7	<b>10</b>
再现性限 ( $R$ )	<b>0.4</b>	<b>1.7</b>	3.1	12	<b>18</b>
钡含量/ ( $\mu\text{g/g}$ )	7.3	60.8	255	552	830
重复性限 ( $r$ )	1.2	<b>5.5</b>	<b>21</b>	<b>33</b>	44
再现性限 ( $R$ )	1.9	<b>8.9</b>	<b>31</b>	<b>57</b>	<b>87</b>
铍含量/ ( $\mu\text{g/g}$ )	0.3	9.7	19.9	95.2	169
重复性限 ( $r$ )	0.1	<b>0.9</b>	1.4	5.7	<b>9</b>
再现性限 ( $R$ )	<b>0.2</b>	<b>2.0</b>	<b>2.7</b>	15.8	<b>19</b>

### 三、预期效果

本标准的发布，将填补国内电感耦合等离子体质谱法测定金矿石中铜、铅、锌、银、铁、锰、镍、钴、铝、铬、镉、锑、铋、砷、汞、硒、钡和铍的方法标准的空白，有利于规范我国黄金行业分析检验方法，为工艺指标控制、矿物资源评价及冶炼工艺过程排放的环保标准提供依据。

#### 四、标准水平分析

##### 1 采用国际标准和国外先进标准的程度

国外无同类标准可借鉴或采用。

##### 2 国际、国外同类标准水平的对比分析

经检索，目前国内外无电感耦合等离子体质谱法测定金矿石中铜、铅、锌、银、铁、锰、镍、钴、铝、铬、镉、锑、铋、砷、汞、硒、钡和铍的方法标准；本方法为首次制定，填补了国际、国内电感耦合等离子体质谱法测定金矿石中铜、铅、锌、银、铁、锰、镍、钴、铝、铬、镉、锑、铋、砷、汞、硒、钡和铍的方法标准的空白，达到了国际先进水平。

#### 五、与有关的现行法律、法规和强制性的国家标准的关系

本标准规定的内容，完全符合国家现行法律法规和强制性国家标准的要求。

#### 六、重大分歧意见的处理结果和依据

本标准在制定过程中未出现重大分歧意见。

#### 七、标准作为强制性和推荐性国家（或行业）标准的建议

建议本标准为推荐性国家标准。

#### 八、贯彻标准的要求和措施建议

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

本标准为新制定标准，不涉及现行有关标准。

#### 十、其他应予说明的事项

无。