



中华人民共和国国家标准

GB/T 14353.15—2014
代替 GB/T 14353.15—1993

GB/T 14353.15—2014

铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法 第 15 部分：硒量测定

Methods for chemical analysis of copper ores, lead ores and zinc ores—
Part 15: Determination of selenium content

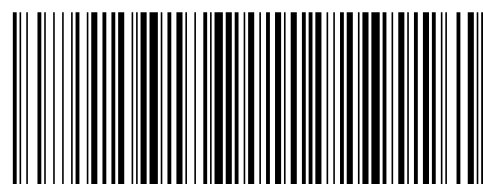
中华人民共和国
国家标准
铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法
第 15 部分：硒量测定
GB/T 14353.15—2014

*
中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字
2014 年 12 月第一版 2014 年 12 月第一次印刷

*
书号: 155066·1-50020 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 14353.15—2014

2014-12-05 发布

2015-04-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

附录 B
(资料性附录)

实验室间试验结果数据的统计处理

B.1 方法重复性限、再现性限

根据 GB/T 6379.2—2004 确定了测量方法的重复性限与再现性限,统计分析结果见表 B.1

表 B.1 方法重复性限和再现性限统计分析结果

| 标准物质 | GBW 07287 | GBW 07235 | GBW 07237 | GBW 07233 | GBW 007164 |
|--------------------------|-----------|-----------|-----------|-----------|------------|
| 参加实验室数目 | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 |
| 可接受结果的数目 | 15 | 21 | 21 | 21 | 21 |
| 平均值/(μg/g) | 0.23 | 1.81 | 2.32 | 5.26 | 25.96 |
| 推荐值/(μg/g) | 0.21 | 1.7 | 2.3 | 5.1 | 24 |
| 重复性标准差(S_r) | 0.019 1 | 0.059 2 | 0.089 8 | 0.144 0 | 0.729 8 |
| 重复性变异系数 | 9.1% | 3.5% | 3.9% | 2.8% | 3.0% |
| 重复性限($2.8 \times S_r$) | 0.053 | 0.166 | 0.251 | 0.403 | 2.04 |
| 再现性标准差(S_R) | 0.035 2 | 0.267 5 | 0.224 7 | 0.458 6 | 2.772 8 |
| 再现性变异系数 | 16.8% | 15.7% | 9.8% | 9.0% | 11.6% |
| 再现性限($2.8 \times S_R$) | 0.098 | 0.749 | 0.629 | 1.28 | 8.32 |

B.2 方法正确度评估

根据 GB/T 6379.4—2006 确定标准测量方法正确度的基本方法,对方法正确度进行了统计评估,置信区间($\delta - AS_R \leq \delta \leq \delta + AS_R$)包含 0,测量方法的偏倚在置信水平 $\alpha = 5\%$ 下不显著,统计结果见表 B.2。

表 B.2 方法正确度统计分析

| 标准物质 | GBW07287 | GBW07235 | GBW07237 | GBW07233 | GBW007164 |
|----------------------|----------|----------|----------|----------|-----------|
| 单元测定次数(n) | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 |
| 可接受结果的实验室数(p) | 5 | 7 | 7 | 7 | 7 |
| 重复性标准差(S_r) | 0.019 1 | 0.059 2 | 0.089 8 | 0.144 0 | 0.729 8 |
| 再现性标准差(S_R) | 0.035 2 | 0.267 5 | 0.224 7 | 0.458 6 | 2.772 8 |
| $\gamma = S_R / S_r$ | 1.842 9 | 4.517 9 | 2.503 6 | 3.185 4 | 3.799 5 |
| A^a | 0.785 3 | 0.728 6 | 0.700 3 | 0.716 1 | 0.723 5 |
| 测试结果总平均值/(μg/g) | 0.23 | 1.81 | 2.32 | 5.26 | 25.96 |
| 标准物质认定值/(μg/g) | 0.21 | 1.7 | 2.3 | 5.1 | 24 |
| 测量方法的偏倚(δ) | 0.02 | 0.106 | 0.015 | 0.161 | 1.962 |
| $\delta - AS_R$ | -0.007 7 | -0.088 9 | -0.142 4 | -0.167 4 | -0.044 1 |
| $\delta + AS_R$ | 0.047 7 | 0.300 9 | 0.172 4 | 0.489 4 | 3.968 1 |
| RE% | 9.52 | 6.24 | 0.65 | 3.16 | 8.18 |

$$^a A = 1.96 \sqrt{\frac{n(\gamma^2 - 1) + 1}{\gamma^2 pn}}$$

前言

GB/T 14353《铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法》分为 18 个部分:

- 第 1 部分:铜量测定;
- 第 2 部分:铅量测定;
- 第 3 部分:锌量测定;
- 第 4 部分:镉量测定;
- 第 5 部分:镍量测定;
- 第 6 部分:钴量测定;
- 第 7 部分:砷量测定;
- 第 8 部分:铋量测定;
- 第 9 部分:钼量测定;
- 第 10 部分:钨量测定;
- 第 11 部分:银量测定;
- 第 12 部分:硫量测定;
- 第 13 部分:镓量、锗量、铟量、铊量和铋量的测定;
- 第 14 部分:锗量测定;
- 第 15 部分:硒量测定;
- 第 16 部分:碲量测定;
- 第 17 部分:铈量测定;
- 第 18 部分:铜量、铅量、锌量、钴量、镍量、铈量、铈量、铈量、铈量、铈量的测定。

本部分为 GB/T 14353 的第 15 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 14353.15—1993《铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法 3,3-二氨基联苯胺光度法测定硒量》。

本部分与 GB/T 14353.15—1993 相比,主要变化如下:

- 增加了“原子荧光光谱法测定铜矿石、铅矿石和锌矿石中的硒量”的分析方法;
- 删除了“3,3-二氨基联苯胺光度法测定硒量”的分析方法;
- 增加了有关“警告”的内容:在标准名称后,标出了危险的一般性提示;
- 在“精密度”中,增加了有关精密度的表述(见第 9 章);
- 增加了第 6 章“试样”和第 10 章“质量保证与控制”;
- 增加了附录 B“实验室间试验结果数据的统计处理”和参考文献。

本部分由中华人民共和国国土资源部提出。

本部分由全国国土资源标准化技术委员会(SAC/TC 93)归口。

本部分起草单位:陕西省地质矿产实验研究所。

本部分主要起草人:田萍、董亚妮、胡建平、牟乃仓。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 14353.15—1993。

10 质量保证和控制

10.1 每次分析测试,应同时采用空白试验、重复分析、标准物质验证等方法进行质量保证与控制。

10.2 每分析批,应同时进行2个空白试验、20%~30%的重复样品分析(当样品数量不超过5个时,应进行100%的重复样品分析)和1个~2个同矿种标准物质验证试验。

10.3 重复性分析,两次测定结果的绝对差应小于表1给出的重复性限 r ;再现性分析,不同实验室测定结果的绝对差应小于表1给出的再现性限 R 。否则应查找原因,纠正错误后,重新进行校核。

铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法

第15部分:硒量测定

警告:使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 14353的本部分规定了铜矿石、铅矿石和锌矿石中原子荧光光谱法测定硒量。

本部分适用于铜矿石、铅矿石和锌矿石中硒量的原子荧光光谱法测定。

测定范围:0.06 $\mu\text{g/g}$ ~100 $\mu\text{g/g}$ 的硒。

方法检出限:硒 0.020 $\mu\text{g/g}$ 。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的,凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包含所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 14505 岩石和矿石化学分析方法 总则及一般规定

3 原理

试料采用艾斯卡试剂(碳酸钠和氧化锌)半熔法分解,沸水提取,使硒与其他共存干扰离子分离。在30%盐酸介质中,硒与硼氢化钾反应生成氢化物气体,以氩气作为载体导入电热石英炉,火焰中的氢基与氢化物碰撞解离成自由原子,以硒的高强度空心阴极灯作光源,采用原子荧光光谱仪测定硒的荧光光谱强度,根据原子荧光强度计算试料中的硒量。

4 试剂

除非另有说明,在分析中均使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 的分析实验室用水。

4.1 盐酸($\rho=1.19\text{ g/mL}$)。

4.2 盐酸(1+1)。

4.3 盐酸(1+9)。

4.4 乙醇[$\varphi(\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH})=95\%$]。

4.5 硼氢化钾溶液[$\rho(\text{KBH}_4)=30\text{ g/L}$]:

称取 30 g 硼氢化钾,用氢氧化钾溶液[$\rho(\text{KOH})=5\text{ g/L}$]搅拌溶解,并稀释至 1 000 mL,摇匀,使用时临时配制。

4.6 三氯化铁溶液[$\rho(\text{Fe})=25\text{ mg/mL}$]:

称取 60.9 g 三氯化铁($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)于 250 mL 烧杯中,加入 40 mL 盐酸(4.3)溶解,用水移入 500 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,摇匀,备用。