



国家质量监督检验检疫总局批准
GBW (E) 070194~070199

标准物质认定证书

铜精矿成分分析标准物质

Certified Reference Materials for the
Chemical Composition of Copper Concentrate

定值日期 2018 年 05 月

有效期限 2023 年 04 月

认定机构 (或生产单位): 山东省冶金科学研究院

地 址: 山东省济南市解放东路 66 号 电话: 0531-88593008

传 真: 0531-88593009

Email: cassyb@126.com



本系列铜精矿成分分析标准物质总计 6 点，为粉末状，主要用于铜精矿类材料的产品质量检验、测量仪器的校准、测量方法的评价和统一测试量值，也可用于此类产品的生产控制分析和检测人员的考核等。

一、样品制备

将选取的原料铜精矿经自然晾晒，用手工挑选去掉杂质，用颚式破碎机细破碎，在磨样机中反复研磨，使样品全部通过 160 目的筛网，将制好的铜精矿样品收集起来，在混样机中以 18r/min 的速度充分混匀，装入干净的大塑料桶中。包装成 50g 的最小包装单元，进行均匀性检验，均检合格后，进行稳定性检验，然后进行定值分析，将数据汇总及统计检验后确定标准物质的认定值。

二、均匀性和稳定性

在包装好的样品中随机取出 20 瓶，进行均匀性检验，测试所得数据用单因素方差分析法统计处理，统计出瓶间不均匀性方差，均匀性良好，均匀性检验所用分析方法及称样量见下表。经稳定性考察及同类标准物质稳定性监测，该标准物质稳定性良好，有效期限暂定为 5 年。研制单位会实时跟踪监测，发现认定值有显著变化及时通知客户。

成分	分析方法	称样量
SiO ₂	动物胶凝聚重量法	0.50 g
Cu	碘量法	0.20 g
Fe	重铬酸钾滴定法	0.20 g
Au	活性炭吸附-AAS 法	10 g
S	燃烧碘量法	0.20 g
As、Bi、Sb、Hg	原子荧光光谱法	0.20 g
F	离子选择电极法	0.20 g
Ag、CaO、MgO、Al ₂ O ₃ 、K ₂ O、Na ₂ O、Mn、Pb、Zn、Cd、Ni、Co、	ICP-AES 法	0.20 g

三、认定值与不确定度

认定值为各家数据的平均值的均值，扩展不确定度为：

$$u_{CRM} = k \sqrt{u_{char}^2 + u_{bb}^2 + u_s^2} \quad (k=2), \quad u_{char} = \frac{S}{\sqrt{p}}$$

其中，S 为定值统计的单次测量标准偏差，p 为数据组数； u_{char} 为测定引起的标准不确定度； u_{bb} 均匀性检验统计出的瓶间不均匀性产生的不确定度； u_s 为长期稳定性标准不确定度；k 为包含因子，95%的置信概率时取 2。具体结果见下表。

铜精矿成分分析标准物质认定值、标准偏差、不确定度汇总(k=2)

编号	项目	Cu	Au	Ag	S	CaO	MgO	SiO ₂	Al ₂ O ₃
GBW(E) 070194 铜精矿 110#	认定值	22.50	15	21	33.81	0.56	2.05	3.72	0.27
	不确定度	0.17	1	2	0.26	0.03	0.08	0.19	0.02
GBW(E) 070195 铜精矿 116#	认定值	31.05	9	330	24.52	4.54	1.04	8.17	0.72
	不确定度	0.24	1	13	0.20	0.10	0.06	0.13	0.03
GBW(E) 070196 铜精矿 135#	认定值	9.88	9	141	24.91	1.93	0.77	14.03	5.11
	不确定度	0.14	1	10	0.21	0.06	0.02	0.20	0.10
GBW(E) 070197 铜精矿 136#	认定值	16.92	10	186	38.00	0.38	0.46	3.73	1.32
	不确定度	0.11	1	13	0.18	0.02	0.02	0.15	0.08
GBW(E) 070198 铜精矿 146#	认定值	20.12	10	17	24.62	1.41	6.40	12.53	0.49
	不确定度	0.15	1	2	0.19	0.06	0.08	0.27	0.03
GBW(E) 070199 铜精矿 226#	认定值	24.40	12	181	31.22	2.10	1.27	5.28	0.71
	不确定度	0.14	1	8	0.28	0.08	0.07	0.13	0.03
编号	项目	K ₂ O	Na ₂ O	F	Fe	Mn	Pb	Zn	Cd
GBW(E) 070194 铜精矿 110#	认定值	0.015	0.008	0.012	31.37	0.013	0.011	0.45	0.0003
	不确定度	0.002	0.001	0.002	0.34	0.002	0.002	0.02	0.0001
GBW(E) 070195 铜精矿 116#	认定值	0.081	0.054	0.012	22.19	0.027	0.15	0.075	0.0010
	不确定度	0.006	0.003	0.002	0.13	0.002	0.01	0.003	0.0002
GBW(E) 070196 铜精矿 135#	认定值	1.44	0.19	0.044	25.18	0.14	0.26	0.069	0.0005
	不确定度	0.04	0.02	0.004	0.29	0.01	0.02	0.002	0.0002
GBW(E) 070197 铜精矿 136#	认定值	0.38	0.045	0.012	34.12	0.068	0.13	0.034	0.0002
	不确定度	0.02	0.002	0.003	0.29	0.005	0.01	0.003	0.0001
GBW(E) 070198 铜精矿 146#	认定值	0.037	0.025	0.028	26.02	0.023	0.012	0.50	0.0002
	不确定度	0.003	0.002	0.002	0.19	0.001	0.002	0.02	0.0001
GBW(E) 070199 铜精矿 226#	认定值	0.13	0.036	0.012	28.46	0.032	0.097	0.20	0.0005
	不确定度	0.02	0.003	0.002	0.34	0.001	0.005	0.01	0.0002

编号	项目	Ni	Co	As	Bi	Sb	Hg*		
GBW(E) 070194 铜精矿 110#	认定值	0.19	0.24	0.007	0.0004	0.0006	0.3		
	不确定度	0.01	0.01	0.001	0.0002	0.0002			
GBW(E) 070195 铜精矿 116#	认定值	0.008	0.012	0.024	0.11	0.003	1.4		
	不确定度	0.002	0.002	0.002	0.01	0.001			
GBW(E) 070196 铜精矿 135#	认定值	0.006	0.008	0.018	0.038	0.003	0.2		
	不确定度	0.002	0.002	0.002	0.002	0.001			
GBW(E) 070197 铜精矿 136#	认定值	0.009	0.013	0.011	0.061	0.0005	0.1		
	不确定度	0.001	0.001	0.001	0.003	0.0002			
GBW(E) 070198 铜精矿 146#	认定值	0.13	0.14	0.007	0.0003	0.0003*	0.3		
	不确定度	0.01	0.01	0.002	0.0001				
GBW(E) 070199 铜精矿 226#	认定值	0.074	0.096	0.013	0.052	0.0015	1.3		
	不确定度	0.003	0.005	0.002	0.003	0.0002			

注：定值元素的单位，Au、Ag 为 g/t；Hg 为 $\mu\text{g/g}$ ；其余为%。表中不确定度为扩展不确定度(k=2)；数据组数为 Mn、K₂O、Na₂O、F 为 8 组，其余为 9 组，*为参考值。

四、分析方法

Cu：长碘量法；短碘量法

Au：火试金法；活性炭吸收-原子吸收光谱法；活性炭吸收-电感耦合等离子体发射光谱法

Ag：火试金法；原子吸收光谱法；电感耦合等离子体发射光谱法

S：硫酸钡重量法；

CaO：EDTA 滴定法；FAAS 法；ICP-AES 法

MgO：EDTA 滴定法；FAAS 法；ICP-AES 法

SiO₂：动物胶凝聚重量法；氟硅酸钾滴定法；Al₂O₃：铬天青 S 光度法；ICP-AES 法

K₂O：FAAS 法；ICP-AES 法；Na₂O：FAAS 法；ICP-AES 法

F：离子选择电极法；离子色谱法

Fe：重铬酸钾滴定法

Mn：FAAS 法；ICP-AES 法

Pb：FAAS 法；ICP-AES 法

Zn：FAAS 法；ICP-AES 法

Cd：FAAS 法；ICP-AES 法

Ni：FAAS 法；ICP-AES 法

Co：FAAS 法；ICP-AES 法

As：原子荧光光谱法；氢化物发生-电感耦合等离子体发射光谱法

Bi：原子荧光光谱法；氢化物发生-电感耦合等离子体发射光谱法

Sb：原子荧光光谱法；氢化物发生-电感耦合等离子体发射光谱法

Hg：原子荧光光谱法

五、溯源性

(1) 采用多家实验室协作定值。邀请了常年参加标准物质生产和/或定值的实验室协作定值，这些实验室均通过计量认证或实验室认可，定值分析由有经验的分析者进行，基本技术要求遵从技术规范；

(2) 定值测试过程中使用的玻璃量器、仪器设备等计量器具均由计量检定部门按检定规范定期检定或校准，均可溯源到国家标准，实验用水和试剂等均符合相应分析方法的要求；

(3) 采用经典方法、基准方法和其他准确可靠的分析方法，如二氧化硅、硫采用重量法，氧化钙、氧化镁、三氧化二铝、铁采用滴定法，分析过程中作空白实验，监测和防止试剂和器具的污染；

(4) 采用两种以上测试方法互相核验，以监测未能预见的干扰和基体成分影响；

(5) 定值实验室检测过程中均采用国家标准物质或基准试剂、纯度标准物质等做校准曲线，同时使用有证标准物质（CRM）进行测量过程的质量控制，以保证分析结果的准确可靠。

六、包装、使用和储存

样品为玻璃瓶装，每瓶净重 50g，包装时充氮，瓶口压片密封。玻璃瓶上贴有标签，外套塑料盒包装，贴上标签。取出置于干燥器中冷却至室温后再进行分析用。进行 X 射线荧光光谱分析时，若采用直接压片法，应注意样品粒度和标准样品粒度的一致性。每次使用完后及时盖好瓶盖。标准物质存放在干燥、洁净、无阳光直射、通风良好的贮存室内。

七、协作定值单位

铜陵出入境检验检疫局铜原料及产品检测实验室/中国检验认证集团安徽有限公司有色金属材料及矿产品实验室

中铝洛阳铜业有限公司检测中心

中国冶金地质总局山东局测试中心

山东省地质科学研究院

山东省第一地质矿产勘查院

核工业二四〇研究所

金隆铜业有限公司化验中心

山东省冶金产品质量监督检验站

山东省冶金科学研究院标准样品研究所

八、研制单位

名称：山东省冶金科学研究院

地址：山东省济南市解放东路 66 号

电话：0531-88593008

网址：www.rms.cn

邮编：250014

传真：0531-88593009