

铅精矿化学成分分析



能力验证结果报告

CAMTA
中国矿冶检测机构联盟



中国矿冶检测机构联盟

China Mining and Metallurgical Inspection Institute Alliance

2019

中国矿冶检测机构联盟

China Mining and Metallurgical Inspection Institute Alliance

编号：CAMTA-LC-2019-02



2019 年铅精矿化学成分分析能力验证结果报告

中国矿冶检测机构联盟（CAMTA）

组织实施机构：国家重有色金属质量监督检验中心

北矿检测技术有限公司

负 责 人：李华昌

联 络 人：于力 姜求韬 刘玮 姜莉莉

电话/传真：010-59069658、010-59069683 （FAX）

Web site: <http://www.bkmtc.com>

E-Mail: bkceshi@bgrimm.com

联系地址：北京市大兴区北兴路(东段) 22 号 A702 室



目 录

一. 前 言.....	3
二. 统计处理结果及能力评价.....	6
1. 原始数据	6
2. Pb 的数据分析.....	11
3 Au 的数据分析.....	17
附录 A 参与单位（排名按首字拼音顺序）	29
附录 B 山东恒邦冶炼股份有限公司铅精矿样品均匀性检验报告	31
附录 C 北矿检测技术有限公司铅精矿样品均匀性检验报告	35
附录 D 统计分析有关统计量的意义及其计算方法.....	38
附录 E 循环比对计划作业指导书.....	40

一. 前 言

1. 概述

本报告总结了铅精矿中 Pb、Au、Ag 含量的测定循环比对结果。

本报告记载了各参与单位的原始数据及数据比对结果，分析方法涉及部分企业标准，容易造成泄密，故不予列出。

报告中各参与单位以实验室编号形式（LAB××）出现。除秘书处外，各参与单位仅知晓本单位编号。由于各单位提供的平行测定值数量差异，可能影响最终数据比对结果。

2. 范围

本次循环测试要求对铅、金、银 3 个元素进行分析，报告以各参与单位的原始数据为基础，通过各种分析工具得出比对结果。

3. 报告简介

感谢各单位积极参与本次比对测试，希望本比对报告对各单位的分析流程管理、内部质量控制有一定的帮助。

报告中，各单位分析的精准度及允许误差通过如下分析项进行分析论证：Z 比分数（标准化值）、总体稳健平均值，中位值，标准化 IQR、最大值、最小值、极差、稳健 CV（%）、主效应图、95% 置信区间概率图、各元素 Z 比分数柱状图等。

4. 参与条款

各参与单位报告平行测定值及相应的分析方法，作为比对依据；

5. 本次分析不具任何商业价值和评判价值。

6. 样品准备

本次比对测试样品为山东恒邦冶炼股份有限公司提供的铅精矿，经 105 摄氏度高温持续烘干，磨样，混合，过筛后，经均匀性检验，用铝箔真空包装，每份样品 120g，通过 EMS 快递发送至各实验室。

7. 比对原理

平行测定值是各分析工具的数据基础，分析前输入平行测定值，各分析工具以输入的平行测定值为依据计算出平均值，计算各参与单位的 Z 比分数（标准化值），方差齐性测试、主效应图等分析用 Minitab 17.2 工具软件进行统计分析。

8. 统计分析的设计及能力评价原则

对本次循环比对计划实验室的检测结果，按下式计算 Z 比分数

$$Z = (x - X) / \sigma$$

式中：x-实验室测试结果；

X-指定值；

σ -变动性度量值（目标标准偏差）。

本次循环比对计划统计分析采用稳健 (Robust) 技术处理, 以稳健平均值作为指定值, 稳健标准偏差为变动性度量值 (目标标准偏差), 计算各实验室结果的 Z 比分数 (Z 比分数)。稳健平均值和稳健标准偏差的计算及意义参见 ISO 13528: 2005《利用实验室间比对的能力验证中的统计方法》。

本次循环比对计划涉及的其它统计量, 如: 结果数、最小值、最大值和极差等, 其意义及相关计算方法参见 CNAS GL02:2006《能力验证结果的统计处理和能力评价指南》。

本次循环比对统计分析有关统计量的意义及其计算方法详见 GB/T 28043-2011/ISO13528:2005。

本次循环比对计划以 Z 比分数评价实验室的结果, 即:

$|Z| \leq 2$ 为满意结果;

$2 < |Z| < 3$ 为有问题结果 (可疑值);

$|Z| \geq 3$ 为不满意结果 (离群值)。

为了清晰表示各实验室参加能力验证计划的结果, 将 Z 比分数按大小顺序排列作柱状图, 每一个柱条标有该实验室的代码。从该柱状图上, 每一个实验室很容易将其结果与其他参加实验室进行比较, 了解其结果在本次计划中所处的水平。

二. 统计处理结果及能力评价

1. 原始数据

实验室 编号	Pb 分析结果									
	平行分析结果, %									平均 值, %
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	
LAB01	44.28	44.16	44.25	44.22	44.15	44.28				44.22
LAB02	44.40	44.36								44.38
LAB03	44.02	44.13	44.06							44.07
LAB04	44.22	44.26	44.25	44.06	44.01	44.12				44.15
LAB07	44.28	44.21	44.22	44.22	44.24	44.27				44.24
LAB10	44.85	44.68	45.03	44.85						44.85
LAB12	44.17	44.23	44.25	44.24	44.27	44.25				44.24
LAB13	44.12	44.26	44.16							44.18
LAB14	43.31	43.37	43.43	43.65						43.44
LAB17	44.08	44.16								44.12
LAB18	44.09	44.23	44.15	44.20	44.16	44.18				44.17
LAB22	43.87	43.97	44.04	44.01	44.13	44.18	44.27	44.36	44.44 44.60	44.19
LAB23	44.53	44.57	44.50	44.59	44.57	44.58				44.56
LAB24	44.26	44.24								44.25
LAB25	44.21	44.04	44.03	44.06						44.09
LAB26	48.67	48.86	48.84	48.93	48.70	48.78				48.80
LAB30	44.25	44.14								44.20
LAB31	43.59	43.56	43.65	43.62	43.64					43.61
LAB32	44.14	44.28								44.21
LAB33	44.26	44.20								44.23
LAB34	44.36	44.28								44.32

2019 年铅精矿化学成分分析能力验证结果报告



编号: CAMTA-LC-2019-02

LAB35	44.11	44.14	43.97	43.95	43.90	43.79				43.98
LAB36	44.10	44.13	44.15	44.11	44.12	44.17				44.13
LAB39	43.96	43.96	43.97	44.01						43.98
LAB40	44.03	44.04	43.94	43.97	44.01	43.94	43.96	44.05		43.99
LAB41	44.17	44.07	44.09	44.13						44.12
LAB42	43.86	43.86								43.86
LAB44	44.44	44.46	44.47	44.56	44.59	44.55				44.51
LAB46	43.92	43.95	44.08	44.12	43.97	43.99				44.01
LAB49	44.26	44.07	44.12							44.15
LAB51	44.87	44.86	44.86	44.88	44.87	44.88				44.87
LAB52	44.15	44.49	44.30							44.31
LAB55	44.06	44.28	44.14							44.16
LAB58	44.34	44.57	44.14	44.36	44.51	44.52				44.41
LAB62	43.75	43.78	43.76	43.79						43.77
LAB63	43.97	43.82	43.96							43.92
LAB64	43.98	43.95								43.97
LAB65	44.53	44.35	44.44	44.34	44.72	44.63				44.50
LAB67	43.98	43.85	43.96	43.93	43.88	43.87				43.91
LAB70	44.04	44.03	44.06							44.04
LAB71	43.96	43.88	43.93	44.07						43.96
LAB72	44.06	44.15	44.16	43.98	44.10	44.06				44.08
LAB73	43.81	43.91	44.00	43.94	43.80	44.03				43.92
LAB74	44.00	44.04								44.02
LAB75	44.00	43.96	44.02	44.06	44.06	44.06				44.03
LAB77	44.00	43.95	44.06	43.92	43.90	43.90				43.96
LAB78	44.27	44.27	44.18	44.19	44.26	44.28				44.24

2019 年铅精矿化学成分分析能力验证结果报告



编号: CAMTA-LC-2019-02

实验室 编号	Au 分析结果								平均值, g/t
	平行分析结果, g/t								
	1	2	3	4	5	6	7	8	
LAB01	4.99	5.17	4.95	5.09					5.05
LAB02	5.15	5.29							5.22
LAB03	5.20	5.10	5.30						5.20
LAB04	5.30	5.20	5.20	5.20	5.20	5.30			5.23
LAB07	5.20	5.20	5.20	5.30	5.30	5.50			5.28
LAB10	5.00	4.70	4.90	4.70	4.90				4.84
LAB12	5.27	5.21	5.24	5.22	5.21	5.23			5.23
LAB13	5.07	5.13	5.07	4.93					5.05
LAB17	5.28	5.16							5.22
LAB18	5.05	5.05	5.20						5.10
LAB22	5.10	5.10	5.20	5.30	5.00				5.14
LAB23	5.40	5.42	5.22						5.35
LAB24	5.16	5.18							5.17
LAB25	5.70	5.50	5.20	5.50	5.10	5.10			5.30
LAB30	5.29	5.31							5.30
LAB31	5.07	4.86	5.07	4.93					4.98
LAB33	5.44	5.48							5.46
LAB34	5.17	5.49	5.16	5.33	5.01	5.24			5.23
LAB35	5.13	5.09	4.92	4.87	4.72	4.68			4.90
LAB36	5.20	5.23							5.22
LAB39	5.34	5.56	5.30	4.87					5.27
LAB40	5.14	5.39	5.16	5.39	5.41	5.32	5.49	5.40	5.34
LAB41	4.90	4.80	5.10	4.90	5.00	4.90			4.93
LAB42	5.10	5.20							5.15
LAB44	4.78	4.85	4.74	4.88	4.75	4.80			4.80
LAB46	5.00	5.02	5.01	4.99	4.99	5.06			5.01
LAB49	5.25	5.36							5.31
LAB51	30.91	30.29	29.79	29.87	30.17	30.15			30.20
LAB52	4.90	4.96	4.90						4.92

2019 年铅精矿化学成分分析能力验证结果报告



编号: CAMTA-LC-2019-02

LAB55	5.29	5.33	5.26					5.29
LAB58	5.50	5.10	5.70	5.10	5.30	4.80		5.25
LAB62	4.59	4.62	4.65	4.71				4.64
LAB63	5.14	4.85	4.95	4.95				4.97
LAB64	5.21	5.31						5.26
LAB65	5.98	6.24	6.10					6.11
LAB67	4.05	3.99						4.02
LAB70	4.99	4.88	5.05	5.01				4.98
LAB71	5.62	5.69	5.39	5.41				5.53
LAB72	5.50	5.20						5.35
LAB73	5.08	5.05	4.99	5.18	5.08	5.08		5.08
LAB74	5.15	5.10	5.18	5.16				5.15
LAB75	4.86	4.99	5.13	4.93	4.98	5.03		4.99
LAB77	4.70	4.75	4.35					4.60
LAB78	4.80	5.30	5.40	5.20	5.00	5.20		5.15

实验 室编 号	Ag 分析结果								平均 值, g/t
	平行分析结果, g/t								
	1	2	3	4	5	6	7	8	
LAB01	3130.7	3127.0	3120.5	3127.2					3126.4
LAB02	3085.5	3081.7							3083.6
LAB03	3100.4	3103.0	3100.4						3101.3
LAB04	3140.9	3144.7	3140.7	3148.8	3147.4	3135.4			3143.0
LAB07	3071.7	3065.8	3085.2	3093.4	3104.6	3102.7			3087.2
LAB10	3023.0	3068.3	3035.0	3075.3	3170.0	3070.0			3075.3
LAB12	3119.7	3125.6	3123.8	3118.2	3122.3	3120.2			3121.6
LAB13	3177.1	3163.4							3170.3
LAB14	3233.8	3266.4	3281.3						3260.5
LAB17	3120.0	3114.4							3117.2
LAB18	3135.8	3121.2	3121.2						3126.1
LAB22	3116.0	3117.0	3102.0	3094.0	3117.0				3109.2
LAB23	3181.9	3191.4	3171.5	3162.8	3180.5	3192.1			3180.0
LAB24	3137.9	3135.2							3136.6

2019 年铅精矿化学成分分析能力验证结果报告



编号: CAMTA-LC-2019-02

LAB25	3082.8	3081.2	3097.8	3102.8	3116.6	3109.3			3098.0
LAB30	3101.2	3101.0							3101.1
LAB31	3077.9	3059.6	3057.6	3073.2					3067.1
LAB32	3068.7	3079.5							3074.1
LAB33	3126.1	3129.4							3127.6
LAB34	3095.9	3114.2	3110.9	3108.6	3081.5	3089.0			3100.0
LAB35	3058.9	3086.3	3086.9	3059.6	3051.4	3039.5			3063.8
LAB36	3119.8	3112.3							3116.1
LAB39	3108.6	3079.0	3094.8	3119.7					3100.5
LAB40	3142.4	3143.6	3131.3	3128.6	3141.6	3145.9	3144.0	3119.7	3137.1
LAB41	3174.0	3184.0	3173.0	3163.0	3117.0	3145.0			3159.3
LAB42	3086.0	3090.0							3088.0
LAB44	3067.1	3060.3	3070.5	3055.5	3065.5	3068.3			3064.5
LAB46	3073.0	3076.0	3077.0	3066.0	3061.0	3011.0			3061.0
LAB49	3110.1	3134.8							3122.5
LAB51	618.1	604.5	594.9	597.2	597.1	596.4			601.4
LAB52	3168.0	3170.0	3170.0						3169.0
LAB55	3092.0	3105.0	3076.0						3091.0
LAB58	3058.8	3038.0	3058.8	3038.0	3033.8	3075.4			3050.5
LAB62	3096.8	3113.4	3105.3	3104.2					3104.9
LAB63	3091.0	3081.0	3160.0	3150.0					3120.5
LAB64	3108.1	3090.4							3099.3
LAB65	3037.2	3058.0	3100.7	3067.8					3065.9
LAB67	3075.4	3086.2	3065.5	3091.7					3079.2
LAB70	3139.1	3096.9	3140.2	3112.5					3122.2
LAB71	3022.1	2992.3	2997.4	2989.9					3000.4
LAB72	2956.9	2934.0							2945.4
LAB73	3110.2	3132.2	3132.5	3098.3	3119.5	3115.4			3118.0
LAB74	3158.9	3168.1	3135.9	3164.1	3168.1				3159.0
LAB75	3114.0	3100.0	3105.0	3105.0	3101.0	3100.0			3104.0
LAB77	3002.0	3012.0	3011.0	3025.0	3052.0				3020.4
LAB78	3007.0	2986.0	3066.0	3084.0	3096.0	3060.0			

2. Pb 的数据分析

实验室编号	平均值, %	Z 比分数	与中位值的差, %
LAB01	44.22	0.51	0.09
LAB02	44.38	1.38	0.26
LAB03	44.07	-0.30	-0.05
LAB04	44.15	0.13	0.02
LAB07	44.24	0.62	0.12
LAB10	44.85 §	3.91	0.73
LAB12	44.24	0.62	0.12
LAB13	44.18	0.30	0.05
LAB14	43.44 §	-3.70	-0.69
LAB17	44.12	-0.03	-0.01
LAB18	44.17	0.24	0.05
LAB22	44.19	0.35	0.06
LAB23	44.56 *	2.35	0.44
LAB24	44.25	0.67	0.13
LAB25	44.09	-0.19	-0.03
LAB26	48.80 §	25.23	4.68
LAB30	44.20	0.40	0.08
LAB31	43.61*	-2.78	-0.52
LAB32	44.21	0.46	0.09
LAB33	44.23	0.57	0.10
LAB34	44.32	1.05	0.20
LAB35	43.98	-0.78	-0.15
LAB36	44.13	0.03	0.01
LAB39	43.98	-0.78	-0.15
LAB40	43.99	-0.73	-0.13
LAB41	44.12	-0.03	-0.01
LAB42	43.86	-1.43	-0.27
LAB44	44.51 *	2.08	0.38
LAB46	44.01	-0.62	-0.12

2019 年铅精矿化学成分分析能力验证结果报告



编号: CAMTA-LC-2019-02

LAB49	44.15	0.13	0.02
LAB51	44.87 §	4.02	0.74
LAB52	44.31	1.00	0.19
LAB55	44.16	0.19	0.03
LAB58	44.41	1.54	0.28
LAB62	43.77	-1.92	-0.35
LAB63	43.92	-1.11	-0.20
LAB64	43.97	-0.84	-0.16
LAB65	44.50 *	2.02	0.38
LAB67	43.91	-1.16	-0.22
LAB70	44.04	-0.46	-0.09
LAB71	43.96	-0.89	-0.16
LAB72	44.08	-0.24	-0.05
LAB73	43.92	-1.11	-0.20
LAB74	44.02	-0.57	-0.10
LAB75	44.03	-0.51	-0.09
LAB77	43.96	-0.89	-0.16
LAB78	44.24	0.62	0.12
实验室数量	47		
总体平均值 (%)	44.12 (剔除异常值)		
中位值 (%)	44.13		
标准化 IQR	0.19		
稳健 CV (%)	0.42		
最大值 (%)	48.80		
最小值 (%)	43.44		
极差 (%)	5.36		

注: 加 § 号的数值为离群值, 即 $|Z| \geq 3$; 加*号的数值为可疑值, 即 $2 < |Z| < 3$ 。

根据 GB/T8152.1-2006 方法规定计算 R 值, 中位值=44.13%时 R 值=0.30%, 各实验室根据采用的方法判断是否超差偏离。

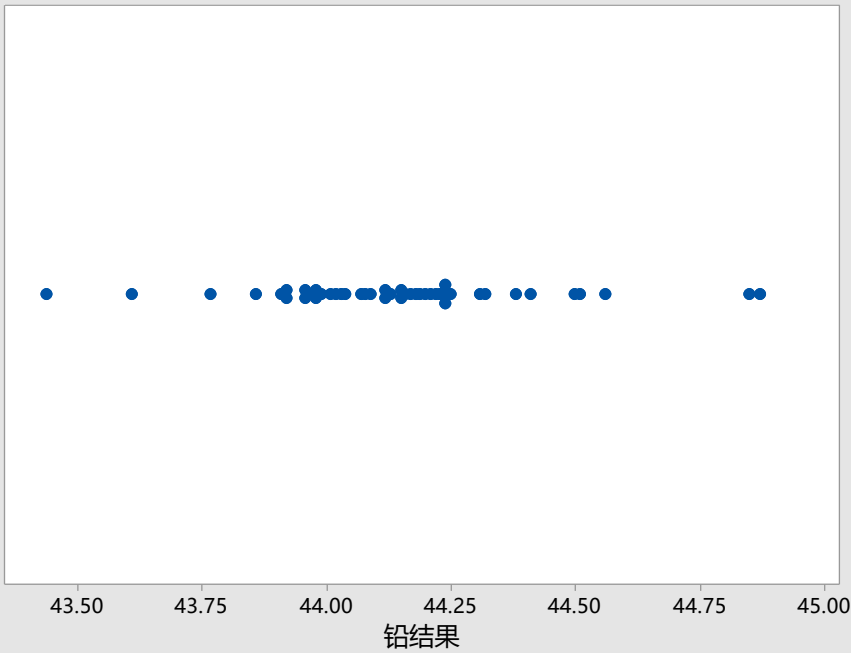
Pb 量分析参与实验室有 47 家, $|Z| < 2$ 的有 39 家, $2 < |Z| < 3$ 有 4 家, $|Z| > 3$ 的有 4 家。

35 家采用《GB/T 8152.1-2006 铅精矿化学分析方法 铅量的测定 酸溶解-EDTA 滴定法》分析, 2 家采用 GB/T 8152.2 -2006 分析, 采用 GB/T14353.2-2010 和 YS/T461.1-2013, 企业标准 XRF 的 2 家, 企业标准 4 家。大部分均为化学滴定方法, 2 家 XRF 方法测定。

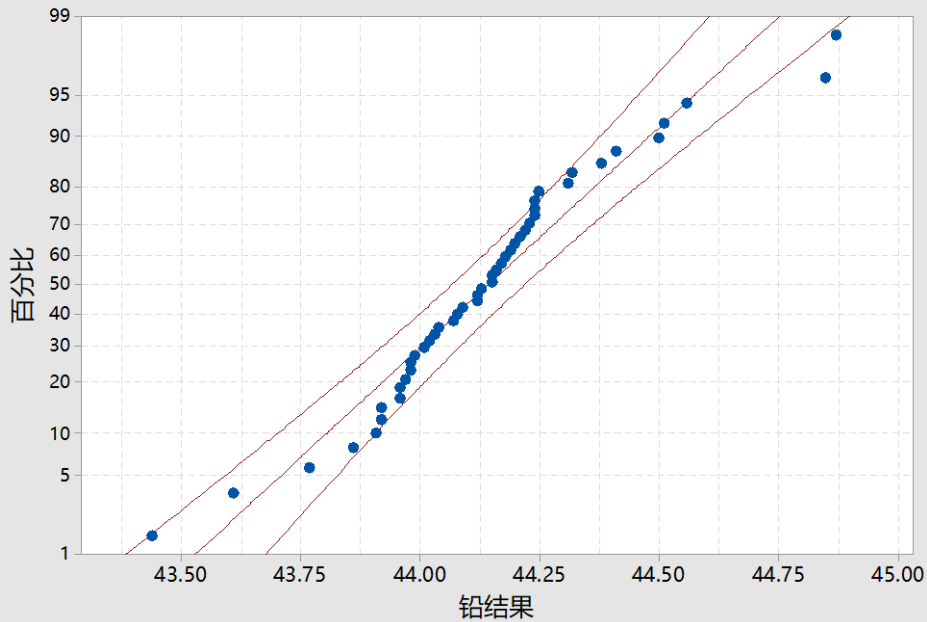


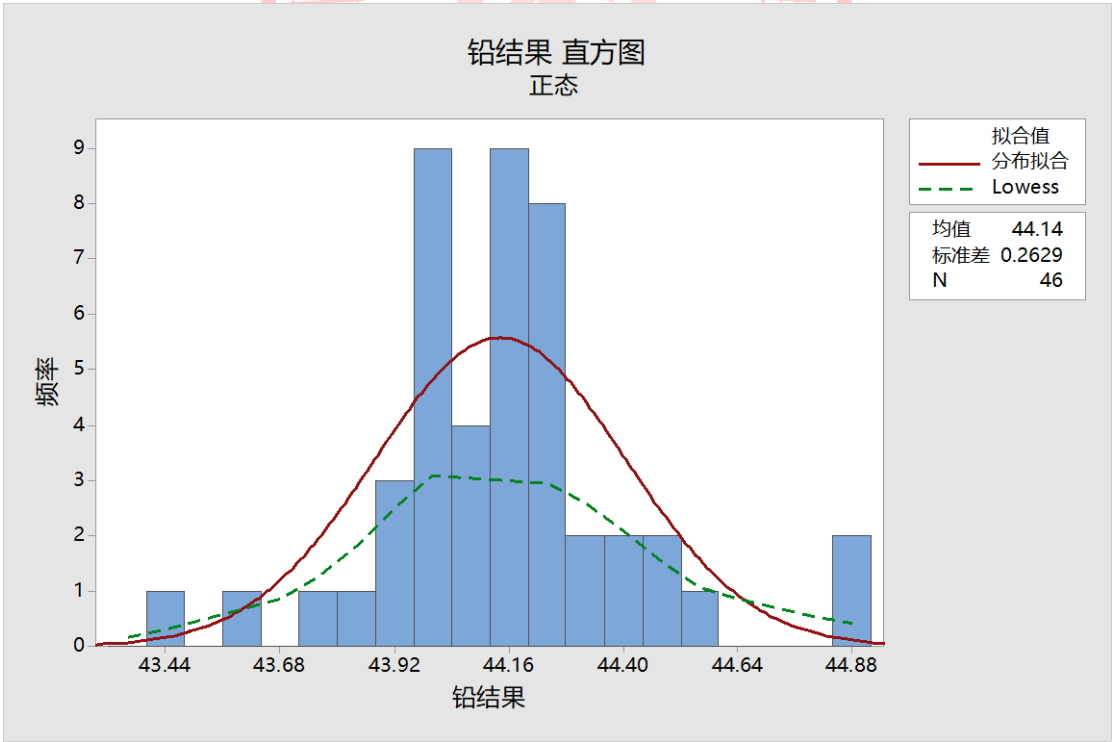
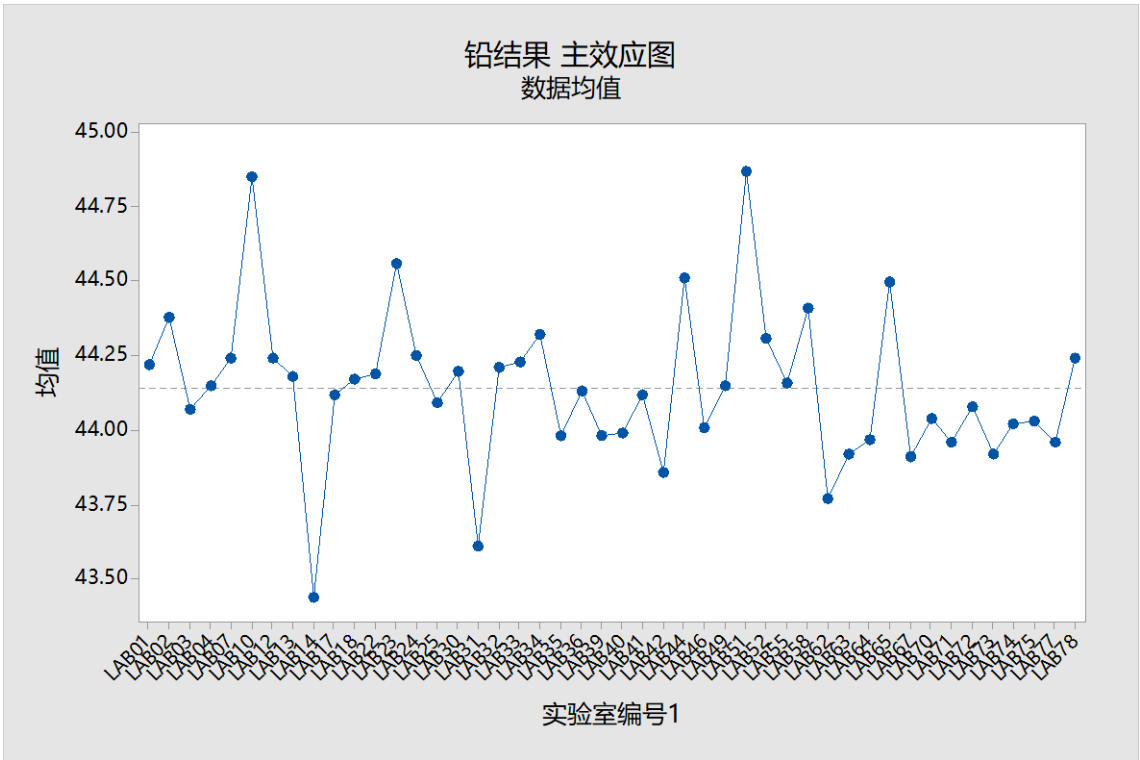


铅结果 的异常值图



铅结果 的概率图
正态 - 95% 置信区间

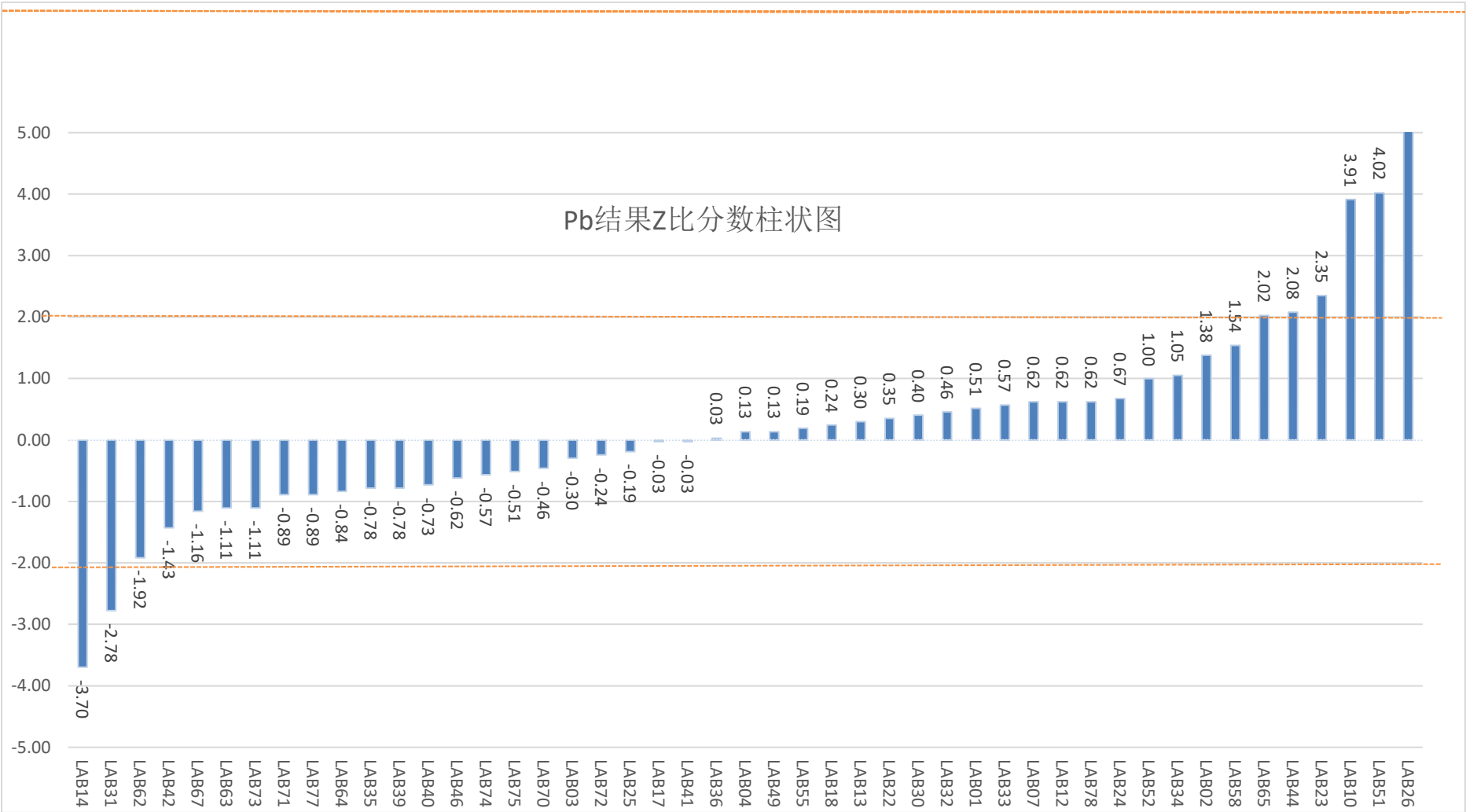




2019 年铅精矿化学成分分析能力验证结果报告



编号: CAMTA-LC-2019-02



3 Au 的数据分析

实验室编号	平均值, g/t	Z 比分数	与中位值的差, g/t
LAB01	5.05	-0.83	-0.15
LAB02	5.22	0.11	0.02
LAB03	5.20	0.00	0.00
LAB04	5.23	0.17	0.03
LAB07	5.28	0.44	0.08
LAB10	4.84	-1.98	-0.36
LAB12	5.23	0.17	0.03
LAB13	5.05	-0.83	-0.15
LAB17	5.22	0.11	0.02
LAB18	5.10	-0.55	-0.10
LAB22	5.14	-0.33	-0.06
LAB23	5.35	0.83	0.15
LAB24	5.17	-0.17	-0.03
LAB25	5.30	0.55	0.10
LAB30	5.30	0.55	0.10
LAB31	4.98	-1.21	-0.22
LAB33	5.46	1.43	0.26
LAB34	5.23	0.17	0.03
LAB35	4.90	-1.65	-0.30
LAB36	5.22	0.11	0.02
LAB39	5.27	0.39	0.07
LAB40	5.34	0.77	0.14
LAB41	4.93	-1.49	-0.27
LAB42	5.15	-0.28	-0.05
LAB44	4.80 *	-2.20	-0.40
LAB46	5.01	-1.05	-0.19
LAB49	5.31	0.61	0.11
LAB51	30.20 §	137.65	25.00

2019 年铅精矿化学成分分析能力验证结果报告



编号: CAMTA-LC-2019-02

LAB52	4.92	-1.54	-0.28
LAB55	5.29	0.50	0.09
LAB58	5.25	0.28	0.05
LAB62	4.64 §	-3.08	-0.56
LAB63	4.97	-1.27	-0.23
LAB64	5.26	0.33	0.06
LAB65	6.11 §	5.01	0.91
LAB67	4.02 §	-6.50	-1.18
LAB70	4.98	-1.21	-0.22
LAB71	5.53	1.82	0.33
LAB72	5.35	0.83	0.15
LAB73	5.08	-0.66	-0.12
LAB74	5.15	-0.28	-0.05
LAB75	4.99	-1.16	-0.21
LAB77	4.60 §	-3.30	-0.60
LAB78	5.15	-0.28	-0.05
实验室数	44		
总体平均值 (g/t)	5.16	剔除离群值	
中位值 (g/t)	5.20		
标准化 IQR	0.18		
稳健 CV (%)	3.49		
最大值 (g/t)	30.20		
最小值 (g/t)	4.02		
极差 (g/t)	26.18		

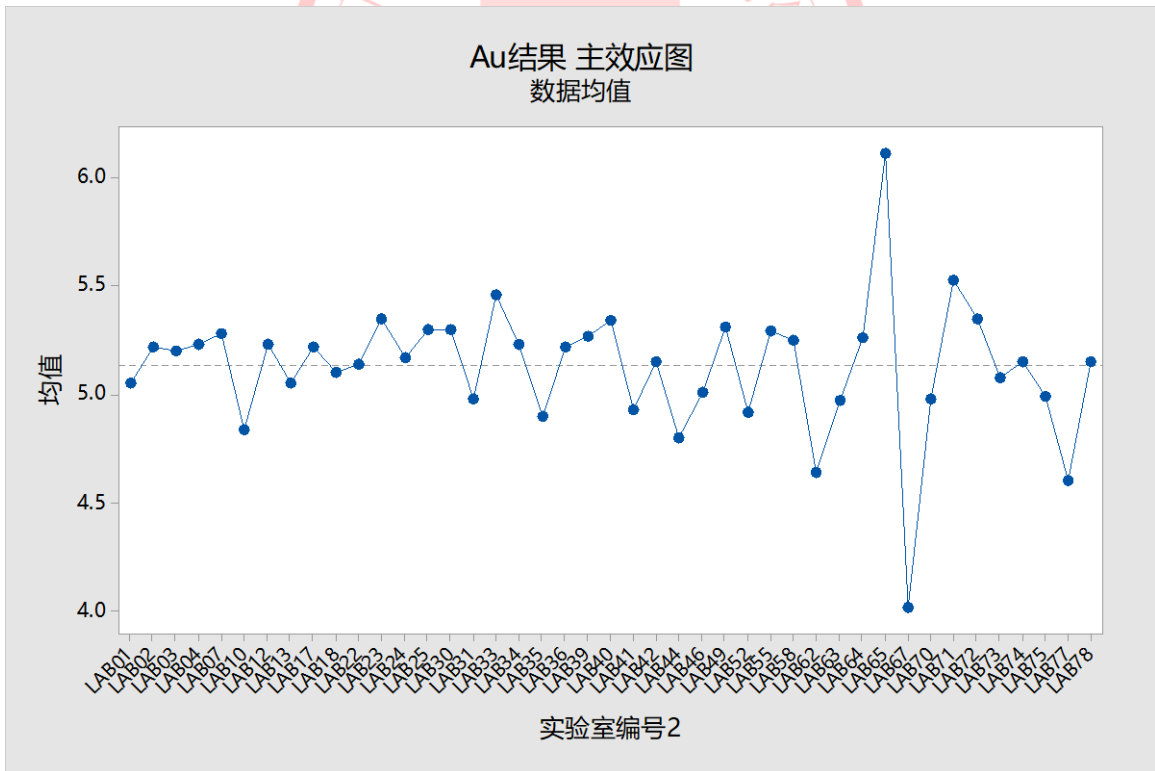
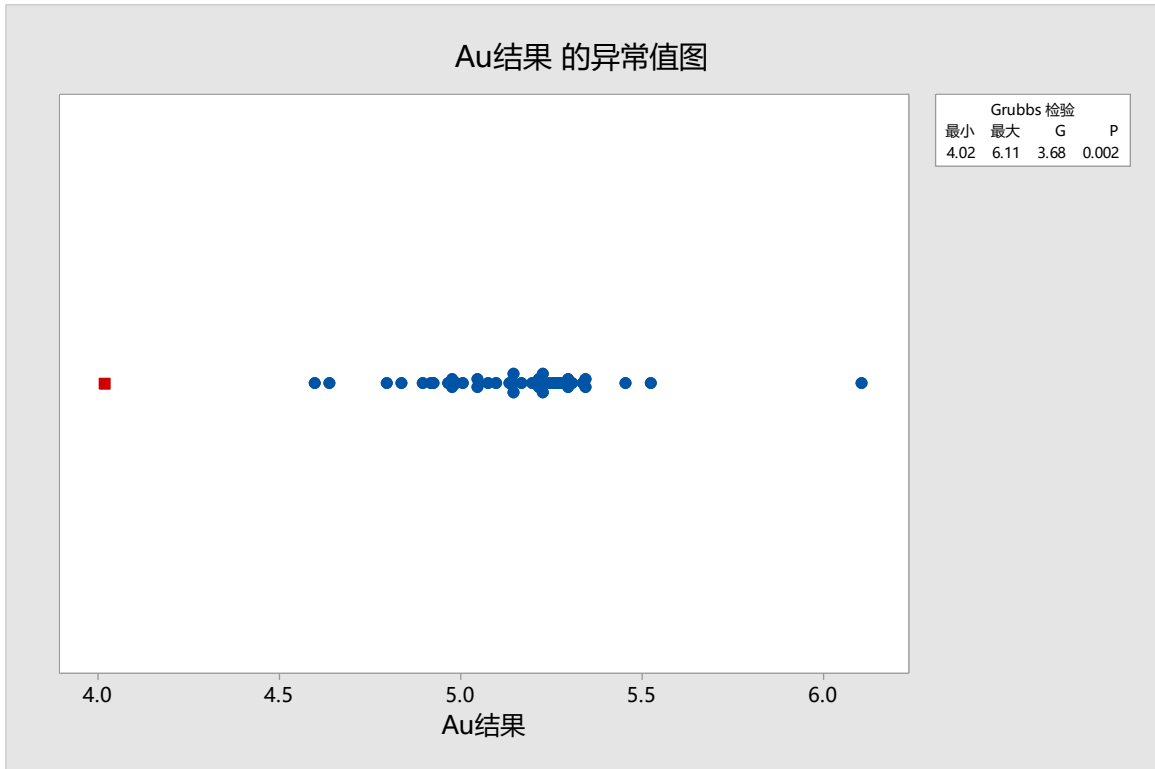
注: 加 § 号的数值为离群值, 即 $|Z| \geq 3$; 加*号的数值为可疑值, 即 $2 < |Z| < 3$ 。

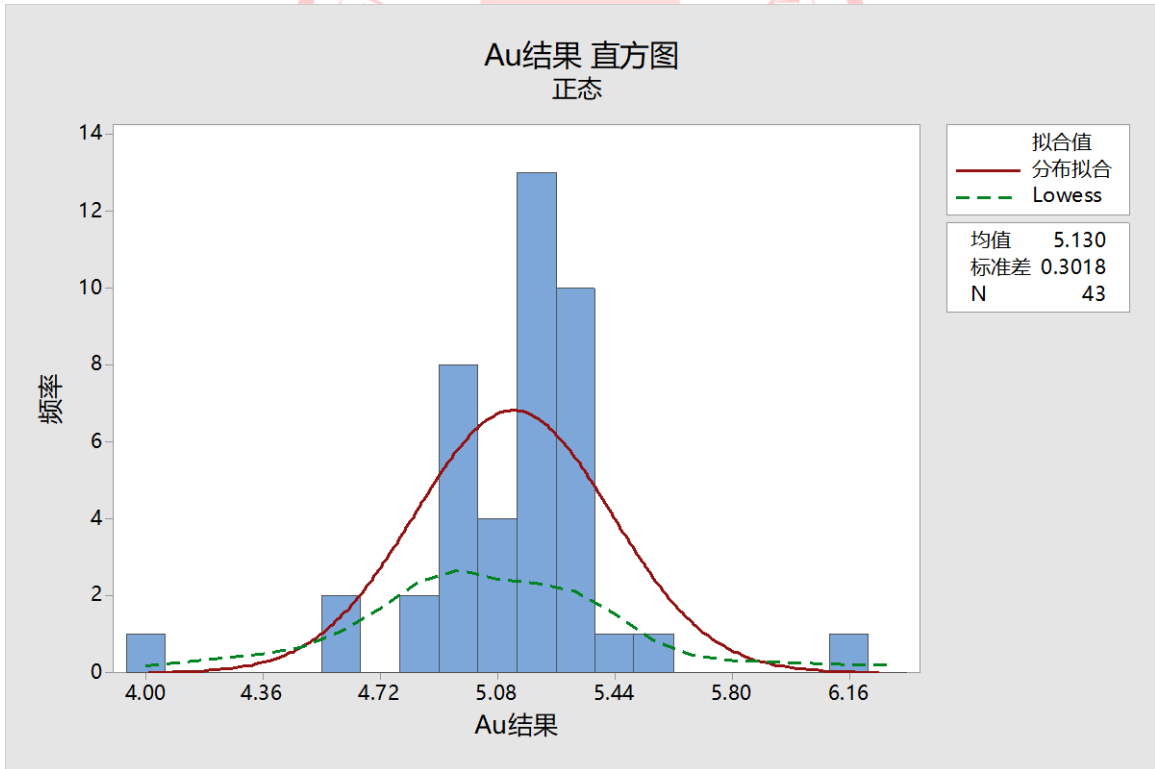
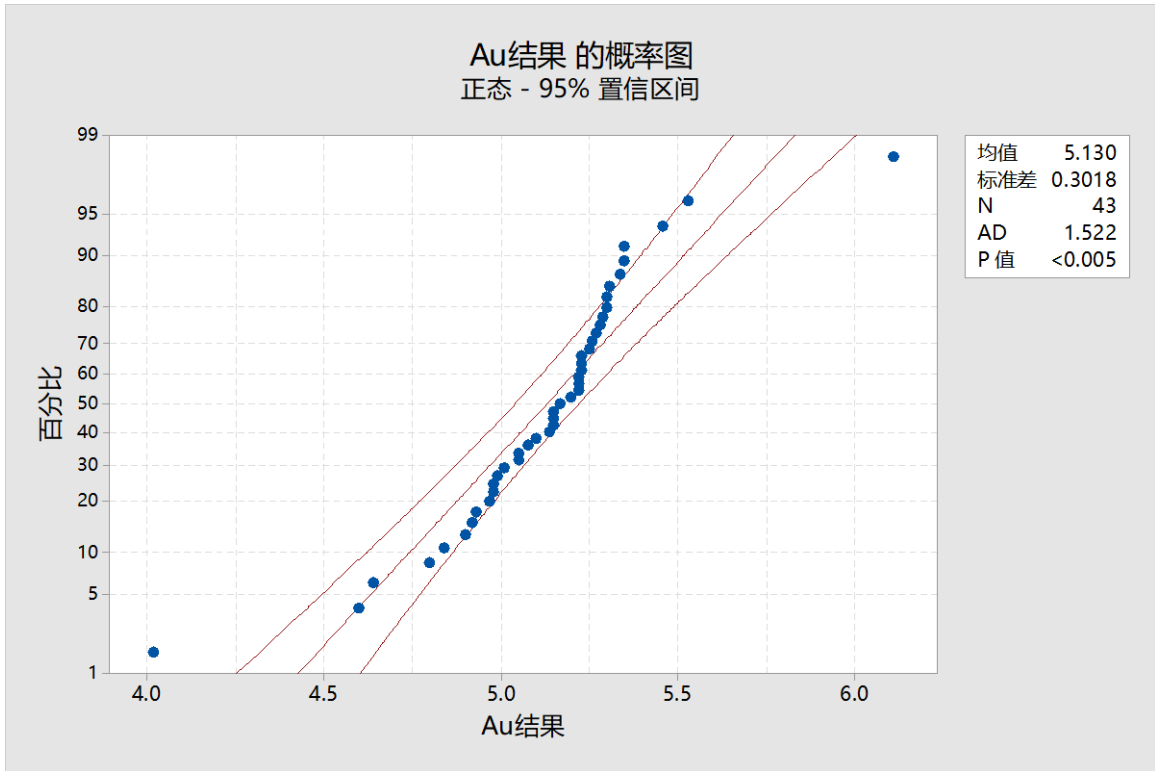
根据 GB/T 8152.10-2006 中 Au 的绝对误差公式为: $C_{Au}=5.20$,
 $P=0.1291*5.20+0.3987=1.07\text{g/t}$, 各实验室根据采用的方法判断是否超差偏离。

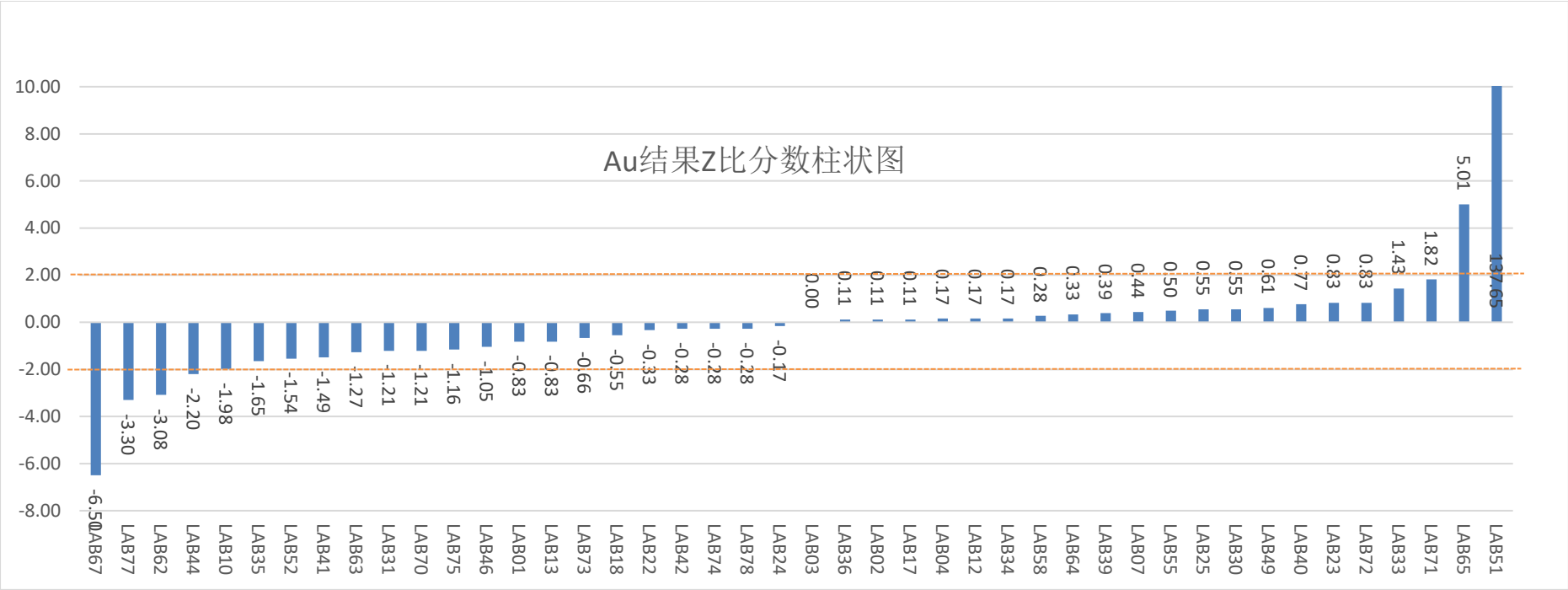
Au 量分析参与实验室有 44 家, $|Z| \leq 2$ 的有 38 家, $2 < |Z| < 3$ 的有 1 家, $|Z| \geq 3$ 有 5 家。

35 家采用《GB/T 8152.10-2006 铅精矿化学分析方法 银量和金量的测定 铅析或灰吹火试金和火焰原子吸收光谱法》分析, 6 家采用企标分析, 方法均为火试金法和 FAAS 法。









4 Ag 的数据分析

实验室编号	平均值, g/t	Z 比分数	与中位值的差, g/t
LAB01	3126.4	0.70	22.0
LAB02	3083.6	-0.66	-20.8
LAB03	3101.3	-0.10	-3.1
LAB04	3143.0	1.22	38.6
LAB07	3087.2	-0.55	-17.3
LAB10	3075.3	-0.93	-29.1
LAB12	3121.6	0.54	17.2
LAB13	3170.3 *	2.09	65.9
LAB14	3260.5 §	4.95	156.1
LAB17	3117.2	0.40	12.8
LAB18	3126.1	0.69	21.7
LAB22	3109.2	0.15	4.8
LAB23	3180.0 *	2.40	75.6
LAB24	3136.6	1.02	32.2
LAB25	3098.0	-0.20	-6.4
LAB30	3101.1	-0.11	-3.3
LAB31	3067.1	-1.19	-37.3
LAB32	3074.1	-0.96	-30.3
LAB33	3127.6	0.73	23.2
LAB34	3100.0	-0.14	-4.4
LAB35	3063.8	-1.29	-40.6
LAB36	3116.1	0.37	11.7
LAB39	3100.5	-0.13	-3.9
LAB40	3137.1	1.04	32.7
LAB41	3159.3	1.74	54.9
LAB42	3088.0	-0.52	-16.4

2019 年铅精矿化学成分分析能力验证结果报告



编号: CAMTA-LC-2019-02

LAB44	3064.5	-1.27	-39.9
LAB46	3061.0	-1.38	-43.4
LAB49	3122.5	0.57	18.1
LAB51	601.4 §	-79.45	-2503.1
LAB52	3169.0 *	2.05	64.6
LAB55	3091.0	-0.43	-13.4
LAB58	3050.5	-1.71	-53.9
LAB62	3104.9	0.01	0.5
LAB63	3120.5	0.51	16.1
LAB64	3099.3	-0.16	-5.1
LAB65	3065.9	-1.22	-38.5
LAB67	3079.2	-0.80	-25.3
LAB70	3122.2	0.56	17.8
LAB71	3000.4 §	-3.30	-104.1
LAB72	2945.4 §	-5.05	-159.1
LAB73	3118.0	0.43	13.6
LAB74	3159.0	1.73	54.6
LAB75	3104.0	-0.01	-0.4
LAB77	3020.4 *	-2.67	-84.0
LAB78	3049.8	-1.73	-54.65
结果数	46		
总体平均值 (g/t)	3107.1	剔除离群值, 参考	
中位值 (g/t)	3104.5		
标准化 IQR	31.5		
稳健 CV (%)	1.01		
最大值 (g/t)	3260.5		
最小值 (g/t)	601.4		
极差 (g/t)	2659.1		

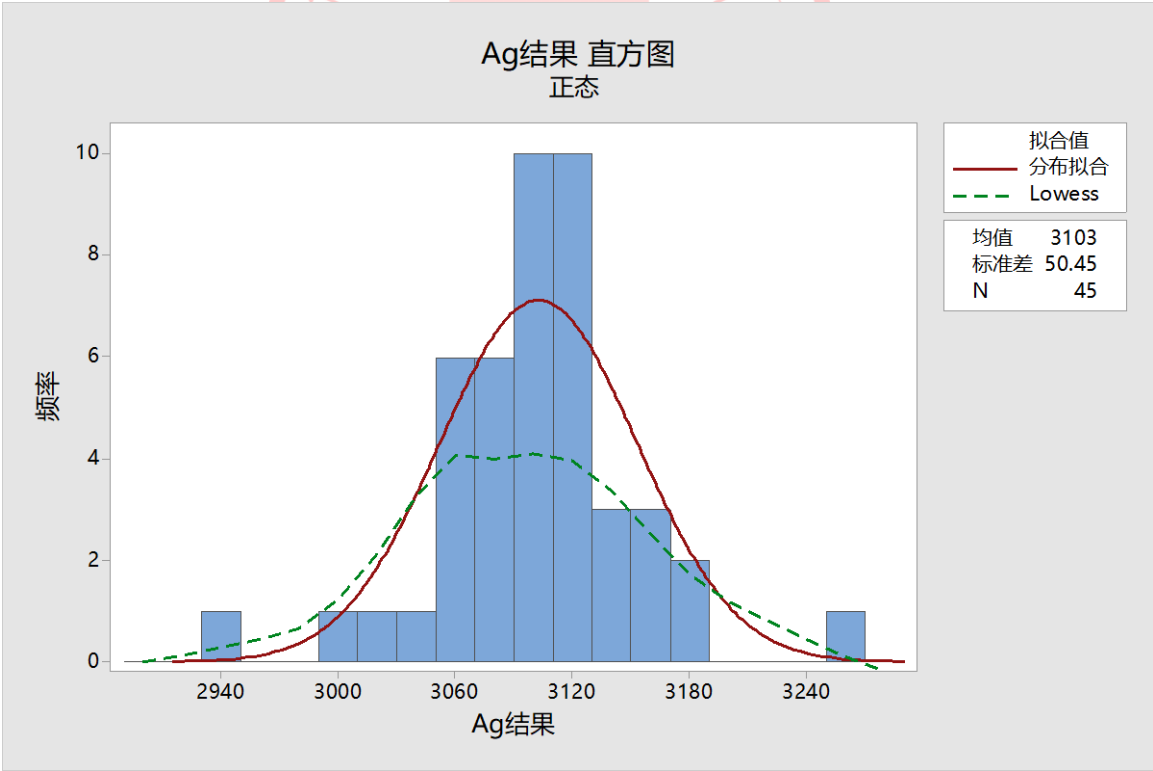
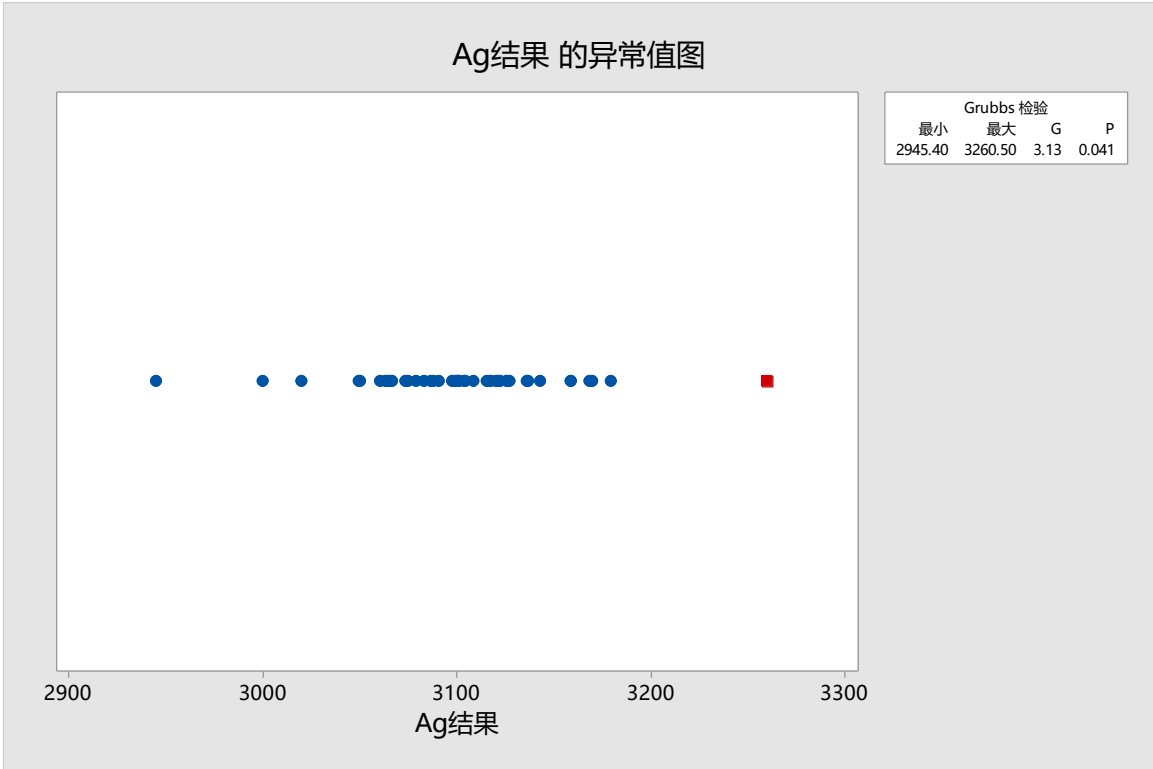
注: 加 § 号的数值为离群值, 即 $|Z| \geq 3$; 加*号的数值为可疑值, 即 $2 < |Z| < 3$

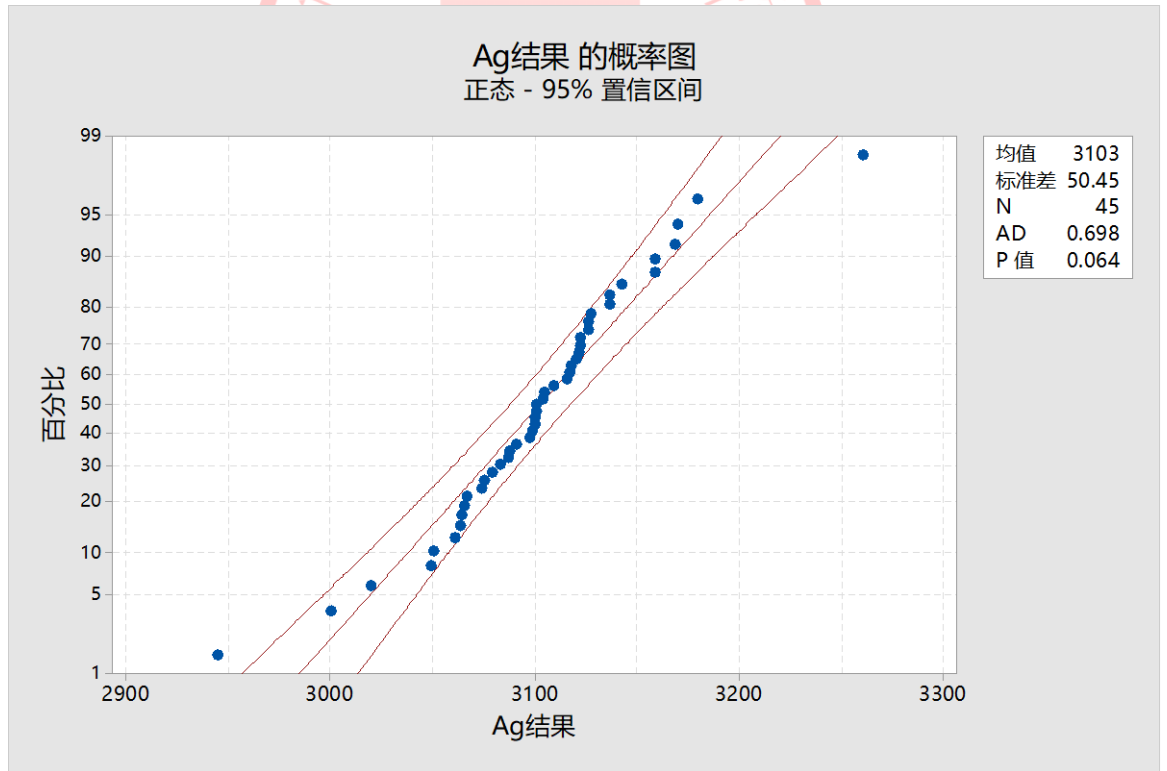
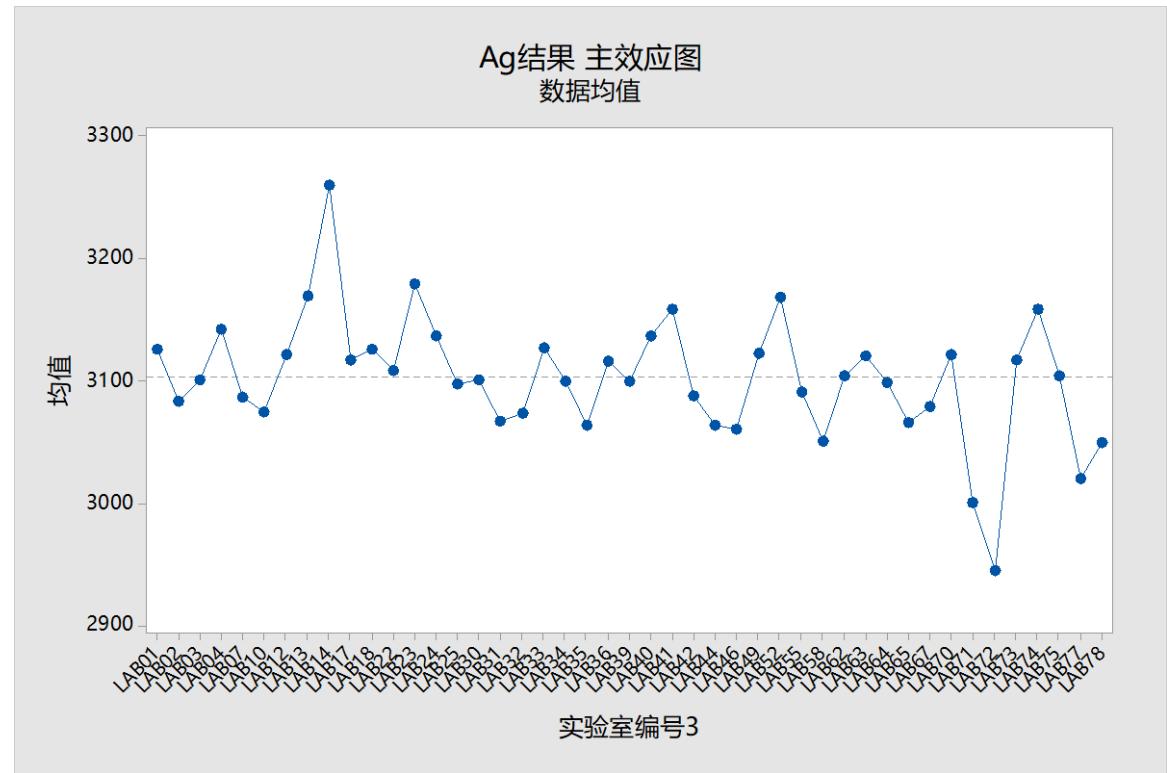
根据 GB/T8152.10-2006 中实验室间 Ag 的绝对误差公式为:

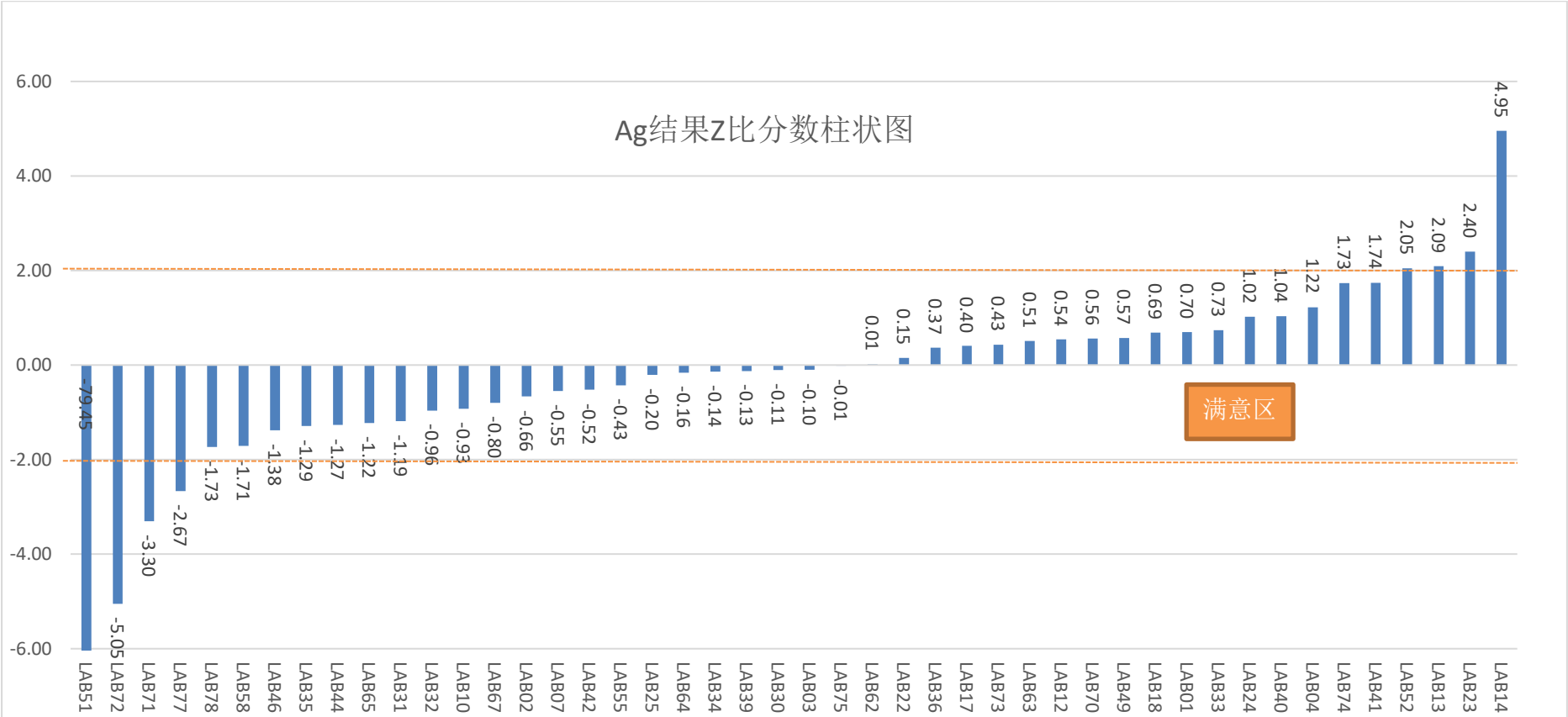
$P = 0.0378 \times 3104.5 + 24.457 = 141.8 \text{ g/t}$ 。各实验室根据采用的方法判断是否超差偏离。

Ag 量分析参与实验室有 46 家, $|Z| \leq 2$ 的有 38 家, $2 < |Z| < 3$ 的有 4 家, $|Z| > 3$ 有 4 家。

38 家采用《GB/T 8152.10-2006 铅精矿化学分析方法 银量和金量的测定 铅析或灰吹火试金和火焰原子吸收光谱法》分析, 采用《GB/T 7739.1-2007 金精矿化学分析方法 第 1 部分: 金量和银量的测定》1 家, 采用《GB/T 7739.2-2007 金精矿化学分析方法 第 2 部分: 银量的测定》1 家, 6 家采用企标分析, 方法均为火试金法和容量法, 方法无差异。







附录 A 参与单位（排名按首字拼音顺序）

北矿检测技术有限公司
Alfred H knight International
Bachelet Laboratories
CERTIMIN S.A
Intertek LSI
Office National De Recherche Géologique & Minière, spa.
Vedanta zinc International - Gamsberg Mine
安徽省有色金属材料质量监督检验站有限公司
巴彦淖尔市紫金矿冶检测技术有限公司
巴彦淖尔西部铜业有限公司质检中心
北矿检测技术有限公司徐州实验室
郴州市金贵银业股份有限公司
大冶有色设计研究院有限公司
福建紫金矿冶测试技术有限公司
广西南丹南方金属有限公司检测中心
广西冶金研究院有限公司
汉中锌业有限责任公司化验室
河北华澳矿业开发有限公司
河南金利金铅集团有限公司
河南豫光金铅股份有限公司检测中心
河南中原黄金冶炼厂有限责任公司
呼伦贝尔驰宏矿业有限公司
湖南省桂阳银星有色冶炼有限公司

2019 年铅精矿化学成分分析能力验证结果报告



编号: CAMTA-LC-2019-02

湖南省硕远检测技术有限公司
湖南有色金属研究院
济源市万洋冶炼（集团）有限公司
江西金德铅业股份有限公司
江西铜业铅锌金属有限公司
金川集团股份有限公司检测中心
南京金利检验有限公司
南京银茂铅锌矿业有限公司
山东恒邦冶炼股份有限公司中心
陕西东岭冶炼有限公司
上海英斯贝克商品检验有限公司
深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂
水口山有色金属有限责任公司
塔中矿业有限公司
通标标准技术服务（天津）有限公司
乌拉特后旗紫金矿业有限公司
五矿铜业（湖南）有限公司
永兴贵研检测科技有限公司
有色金属桂林矿产地质测试中心
云南锡业矿冶检测中心有限公司
云南云铜锌业股份有限公司质量检验分析中心
长春黄金研究院有限公司
长沙矿冶研究院有限责任公司分析检测中心
中国检验认证集团广西有限公司 综合实验室

附录 B 山东恒邦冶炼股份有限公司铅精矿样品均匀性检验报告

实验单位: 山东恒邦冶炼股份有限公司中心化验室

日期: 2019.7.5 — 2019.7.18

实验过程: 将制备好的铅精矿样品随机抽取 20 个, 每个样品测定 Pb、Au、Ag 含量, 重复测定 2 次, 进行样品均匀性检验。

(1) Pb 的测定

水平 j	铅的测定值 X_{ij}		$\bar{x}_i$	$\sum_{j=1}^{n_j} (x_{ij} - \bar{x}_i)^2$	$\bar{x}$	$n_i \left(\bar{x}_i - \bar{x} \right)^2$
1	43.96	43.89	43.93	0.0025	43.96	0.0019
2	43.98	43.86	43.92	0.0072		0.0026
3	44.13	43.99	44.06	0.0098		0.0216
4	44.08	43.97	44.03	0.0060		0.0095
5	44.05	43.94	44.00	0.0060		0.0030
6	44.03	43.90	43.97	0.0085		0.0002
7	43.97	43.96	43.97	0.0000		0.0002
8	43.93	43.81	43.87	0.0072		0.0148
9	43.95	43.89	43.92	0.0018		0.0026
10	43.98	43.85	43.92	0.0084		0.0034
11	43.91	43.99	43.95	0.0032		0.0001
12	44.00	43.74	43.87	0.0338		0.0148
13	43.90	43.93	43.92	0.0005		0.0034
14	43.98	43.92	43.95	0.0018		0.0001
15	43.94	43.99	43.97	0.0013		0.0002
16	43.99	43.98	43.99	0.0001		0.0017
17	43.98	43.96	43.97	0.0002		0.0004
18	44.01	43.99	44.00	0.0002		0.0039
19	43.91	43.91	43.91	0.0000		0.0042
20	44.03	44.18	44.11	0.0112		0.0444

m=20 水平, 每个水平做 n=2 次, 共 40 个数据, N=40。

自由度 $f_1=m-1=20-1=19$, $f_2=N-m=40-20=20$

$$\text{样品间平方和 } SS_1 = \sum_{i=1}^m n_i \left(\bar{\chi}_i - \bar{\chi} \right)^2 = 0.1328$$

$$\text{均方 } MS_1 = \frac{SS_1}{f_1} = 0.0070$$

$$\text{样品内平方和 } SS_2 = \sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^{n_i} (\chi_{ij} - \bar{\chi}_i)^2 = 0.1097$$

$$\text{均方 } MS_2 = \frac{SS_2}{f_2} = 0.0055$$

$$\text{统计量: } F = \frac{MS_1}{MS_2} = 1.27$$

在显著性水平 $\alpha=0.05$ 下, 临界值 $F_{0.05}(19, 20)=2.12$

本实验 $F < F_{0.05}(19, 20)$, 所以整批样品铅的检测结果不存在显著性差异, 该铅精矿样品是均匀的。

(2) Au 的测定

水平 j	Au 的测定值 χ_{ij}		$\bar{\chi}_i$	$\sum_{j=1}^{n_i} (\chi_{ij} - \bar{\chi}_i)^2$	$\bar{\chi}$	$n_i \left(\bar{\chi}_i - \bar{\chi} \right)^2$
1	5.40	5.29	5.35	0.0061	5.18	0.0563
2	5.40	5.30	5.35	0.0050		0.0597
3	5.00	5.02	5.01	0.0002		0.0559
4	5.13	5.48	5.31	0.0613		0.0326
5	5.40	5.20	5.30	0.0200		0.0301
6	5.20	5.20	5.20	0.0000		0.0010
7	5.20	5.06	5.13	0.0098		0.0045
8	5.20	4.85	5.03	0.0613		0.0464
9	5.27	5.24	5.26	0.0004		0.0121
10	5.27	5.08	5.18	0.0180		0.0000
11	5.40	5.16	5.28	0.0288		0.0211
12	5.13	5.08	5.11	0.0012		0.0104
13	5.00	5.20	5.10	0.0200		0.0119

2019 年铅精矿化学成分分析能力验证结果报告



编号: CAMTA-LC-2019-02

14	5.00	5.17	5.09	0.0145		0.0170
15	5.20	5.30	5.25	0.0050		0.0106
16	5.10	5.17	5.14	0.0025		0.0036
17	5.20	5.16	5.18	0.0008		0.0000
18	5.00	4.94	4.97	0.0018		0.0859
19	5.13	5.04	5.09	0.0040		0.0170
20	5.40	5.12	5.26	0.0392		0.0137

m=20 水平, 每个水平做 n=2 次, 共 40 个数据, N=40。

自由度 $f_1=m-1=20-1=19$, $f_2=N-m=40-20=20$

$$\text{样品间平方和 } SS_1 = \sum_{i=1}^m n_i \left(\bar{\chi}_i - \bar{\chi} \right)^2 = 0.4899$$

$$\text{均方 } MS_1 = \frac{SS_1}{f_1} = 0.0258$$

$$\text{样品内平方和 } SS_2 = \sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^{n_i} (\chi_{ij} - \bar{\chi}_i)^2 = 0.2999$$

$$\text{均方 } MS_2 = \frac{SS_2}{f_2} = 0.0150$$

$$\text{统计量: } F = \frac{MS_1}{MS_2} = 1.72$$

在显著性水平 $\alpha=0.05$ 下, 临界值 $F_{0.05}(19, 20)=2.12$

本实验 $F < F_{0.05}(19, 20)$, 所以整批样品金的检测结果不存在显著性差异, 该铅精矿样品是均匀的。

(3) Ag 的测定

水平 j	铅的测定值 X_{ij}		$\bar{\chi}_i$	$\sum_{j=1}^{n_i} (\chi_{ij} - \bar{\chi}_i)^2$	$\bar{\chi}$	$n_i \left(\bar{\chi}_i - \bar{\chi} \right)^2$
1	3091.5	3099.2	3095.4	29.6450	3104.0	151.4670
2	3094.8	3088.6	3091.7	19.2200		305.1685
3	3106.9	3095.5	3101.2	64.9800		16.2735
4	3099.8	3087.0	3093.4	81.9200		226.9515

2019 年铅精矿化学成分分析能力验证结果报告



编号: CAMTA-LC-2019-02

5	3098.4	3081.8	3090.1	137.7800	389.3445
6	3105.6	3095.7	3100.7	49.0050	23.1540
7	3105.2	3099.4	3102.3	16.8200	6.1425
8	3107.4	3074.1	3090.8	554.4450	353.9130
9	3108.6	3099.3	3104.0	43.2450	0.0210
10	3118.7	3103.4	3111.1	117.0450	97.9300
11	3110.8	3105.2	3108.0	15.6800	31.1655
12	3106.8	3074.7	3090.8	515.2050	353.9130
13	3110.3	3098.8	3104.6	66.1250	0.4950
14	3120.0	3103.9	3112.0	129.6050	124.7410
15	3105.7	3111.2	3108.5	15.1250	38.6760
16	3118.3	3106.6	3112.5	68.4450	141.0360
17	3116.4	3110.3	3113.4	18.6050	172.8870
18	3120.8	3111.8	3116.3	40.5000	300.0025
19	3121.9	3107.6	3114.8	102.2450	228.8730
20	3119.8	3120.3	3120.1	0.1250	511.8400

m=20 水平, 每个水平做 n=2 次, 共 40 个数据, N=40。

自由度 $f_1=m-1=20-1=19$, $f_2=N-m=40-20=20$

$$\text{样品间平方和 } SS_1 = \sum_{i=1}^m n_i \left(\bar{\chi}_i - \bar{\chi} \right)^2 = 3474.0$$

$$\text{均方 } MS_1 = \frac{SS_1}{f_1} = 182.8$$

$$\text{样品内平方和 } SS_2 = \sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^{n_i} (\chi_{ij} - \bar{\chi}_i)^2 = 2085.8$$

$$\text{均方 } MS_2 = \frac{SS_2}{f_2} = 104.3$$

$$\text{统计量: } F = \frac{MS_1}{MS_2} = 1.75$$

在显著性水平 $\alpha=0.05$ 下, 临界值 $F_{0.05}(19, 20)=2.12$

本实验 $F < F_{0.05}(19, 20)$, 所以整批样品银的检测结果不存在显著性差异, 该铅精矿样品是均匀的。

附录 C 北矿检测技术有限公司铅精矿样品均匀性检验报告

测试单位: 北矿检测技术有限公司

测试日期: 2019. 7. 2-2019. 7. 12 样品提供单位: 山东恒邦冶炼股份有限公司

样品数量: 10 份

测定方法: 将制备好的铅精矿样品随机取 10 个样, 每个样测定 Pb、Au、Ag 含量, 重复测定 2-3 次, 进行样品均匀性检验。

1 Pb 的测定

水平 j	Pb 测定值 x_{ij}		$\bar{x}_i$	$\sum_{j=1}^{n_i} (x_{ij} - \bar{x}_i)^2$	$\bar{x}$	$\sum_{i=1}^m n_i (\bar{x}_i - \bar{x})^2$
1	44.10	44.23	44.17	0.00845	44.08	0.01378
2	44.08	44.14	44.11	0.00180		0.00157
3	43.95	44.16	44.06	0.02205		0.00146
4	44.08	44.10	44.09	0.00020		0.00013
5	43.93	44.24	44.09	0.04805		0.00002
6	43.96	43.91	43.94	0.00125		0.04322
7	43.96	44.20	44.08	0.02880		0.00001
8	43.95	44.06	44.01	0.00605		0.01186
9	44.12	44.19	44.16	0.00245		0.01066
10	44.13	44.15	44.14	0.00020		0.00673

$m=10$ 水平, 每个水平做 $n=2$ 次, 共 20 个数据, $N=20$ 。

自由度 $f_1=m-1=9$, $f_2=N-m=20-10=10$

$$\text{样品间平方和 } SS_1 = \sum_{i=1}^m n_i (\bar{x}_i - \bar{x})^2 = 0.0894$$

$$\text{均方 } MS_1 = \frac{SS_1}{f_1} = 0.0093$$

$$\text{样品内平方和 } SS_2 = \sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^{n_i} (x_{ij} - \bar{x}_i)^2 = 0.1193$$

$$\text{均方 } MS_2 = \frac{SS_2}{f_2} = 0.001193$$

$$\text{统计量: } F = \frac{MS_1}{MS_2} = 0.83$$

在显著性水平 $\alpha=0.05$ 下, 临界值 $F_{0.05}(9, 10) = 3.02$

本实验 $F < F_{0.05}(9, 10)$, 所以整批样品铅的检测结果不存在显著性差异, 是均匀的。

2 Au 的测定

水平 j	Au 测定值 x_{ij}		$\bar{x}_i$	$\sum_{j=1}^{n_i} (x_{ij} - \bar{x}_i)^2$	$\bar{x}$	$\sum_{i=1}^m n_i (\bar{x}_i - \bar{x})^2$
1	0.12500	0.1250	0.1250	0.12500	4.99	0.00605
2	0.00500	0.0050	0.0050	0.00500		0.04805
3	0.04500	0.0450	0.0450	0.04500		0.00605
4	0.08000	0.0800	0.0800	0.08000		0.00005
5	0.00500	0.0050	0.0050	0.00500		0.04805
6	0.04500	0.0450	0.0450	0.04500		0.00405
7	0.00000	0.0000	0.0000	0.00000		0.07605
8	0.00500	0.0050	0.0050	0.00500		0.00605
9	0.04500	0.0450	0.0450	0.04500		0.12005
10	0.00000	0.0000	0.0000	0.0		0.00005

$m=10$ 水平, 每个水平做 $n=2$ 次, 共 20 个数据, $N=20$ 。

自由度 $f_1=m-1=9$, $f_2=N-m=20-10=10$

$$\text{样品间平方和 } SS_1 = \sum_{i=1}^m n_i (\bar{x}_i - \bar{x})^2 = 0.314$$

$$\text{均方 } MS_1 = \frac{SS_1}{f_1} = 0.0349$$

$$\text{样品内平方和 } SS_2 = \sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^{n_i} (x_{ij} - \bar{x}_i)^2 = 0.355$$

$$\text{均方 } MS_2 = \frac{SS_2}{f_2} = 0.0355$$

$$\text{统计量: } F = \frac{MS_1}{MS_2} = 0.98$$

在显著性水平 $\alpha=0.05$ 下, 临界值 $F_{0.05}(9, 10) = 3.02$

2019 年铅精矿化学成分分析能力验证结果报告



编号: CAMTA-LC-2019-02

本实验 $F < F_{0.05}(9, 10)$ ，所以整批样品金的检测结果不存在显著性差异，是均匀的。

3 Ag 的测定:

水平 j	Ag 测定值 x_{ij}		$\bar{x}_i$	$\sum_{j=1}^{n_i} (x_{ij} - \bar{x}_i)^2$	$\bar{x}$	$\sum_{i=1}^m n_i (\bar{x}_i - \bar{x})^2$
1	3103.00	3095.0	3099.0	32.0	3095	28.1
2	3030.00	3131.0	3080.5	5100.5		435.1
3	3033.00	3124.0	3078.5	4140.5		561.1
4	3087.00	3114.0	3100.5	364.5		55.1
5	3080.00	3116.0	3098.0	648.0		15.1
6	3082.00	3118.0	3100.0	648.0		45.1
7	3083.00	3115.0	3099.0	512.0		28.1
8	3079.00	3098.0	3088.5	180.5		91.1
9	3073.00	3139.0	3106.0	2178.0		231.1
10	3087.00	3118.0	3102.5	480.5		105.1

$m=10$ 水平，每个水平做 $n=2$ 次，共 20 个数据， $N=20$ 。

自由度 $f_1=m-1=9$, $f_2=N-m=20-10=10$

$$\text{样品间平方和 } SS_1 = \sum_{i=1}^m n_i (\bar{x}_i - \bar{x})^2 = 1595$$

$$\text{均方 } MS_1 = \frac{SS_1}{f_1} = 177$$

$$\text{样品内平方和 } SS_2 = \sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^{n_i} (x_{ij} - \bar{x}_i)^2 = 14284$$

$$\text{均方 } MS_2 = \frac{SS_2}{f_2} = 1428$$

$$\text{统计量: } F = \frac{MS_1}{MS_2} = 0.12$$

在显著性水平 $\alpha=0.05$ 下，临界值 $F_{0.05}(9, 10) = 3.02$

本实验 $F < F_{0.05}(9, 10)$ ，所以整批样品银的检测结果不存在显著性差异，是均匀的。

北矿检测技术有限公司

2019.8.10

附录 D 统计分析有关统计量的意义及其计算方法

对本次循环比对计划实验室的检测结果,按下式计算 Z 比分值:

$$Z = (x - X) / \sigma$$

式中: x —实验室测试结果;

X —指定值;

σ —变动性度量值(目标标准偏差)。

本次循环比对计划统计分析采用稳健(Robust)技术处理,以稳健平均值作为指定值,稳健标准差为变动性度量值(目标标准偏差),计算各实验室结果的 Z 比分数(Z 值),同时给出稳健平均值的标准不确定度。

1. 稳健平均值的计算

本次循环比对各子项目的测定结果,根据 ISO13528:2005《利用实验室间比对进行能力验证的统计方法》,对稳健平均值进行了统计计算,同时给出了循环比对结果的标准不确定度,供各实验室参考。

1) 稳健平均值 x^* 和稳健标准差 s^* 初始值的计算

有 p 个数,按从小到大顺序排列: $x_1, x_2, \dots, x_i, \dots, x_p$

用 x^* 和 s^* 代表稳健平均值和稳健标准差,计算 x^* 和 s^* 的初始值:

$$x^* = x_i \text{ 的中位值 } (i=1, 2, \dots, p)$$

$$s^* = 1.483 |x_i - x^*| \text{ 的中位值 } (i=1, 2, \dots, p)$$

2) 对 x^* 和 s^* 的修正

计算 $\delta = 1.5 s^*$

对于每个 x_i ($i=1, 2, \dots, p$) 计算如下:

$$x_i^* = \begin{cases} x^* - \delta, & x_i < x^* - \delta \\ x^* + \delta, & x_i > x^* + \delta \\ x_i, & \text{介于两者之间} \end{cases}$$

由下式计算 x^* 和 s^* 的新值:

$$x^* = \sum x_i^* / p$$

$$s^* = 1.134 \sqrt{\sum (x_i^* - x^*)^2 / (p-1)}$$

稳健平均值 x^* 和 s^* 通过迭代计算得出, 如, 用校正后的数据对 x^* 和 s^* 进行多次修正, 直到迭代后稳健标准差 s^* 和稳健平均值 x^* 的第三位有效数字没有变化为止。

2. 循环比对计划涉及的其他统计量

依据 CNAS-GL02 《能力验证结果的统计处理和能力评价指南》, 本次循环比对涉及的其他统计量, 如: 结果总数, 最大值, 最大值和极差, 其含义如下:

- **结果总数**—— 在统计分析中某项测定结果的总数。
- **最大值**—— 一组结果中的最大值。
- **最小值**—— 一组结果中的最小值。
- **极差**—— 最大值减最小值。



附录 E 循环比对计划作业指导书

中国矿冶检测机构联盟 循环比对计划作业指导书

实验室名称: ***单位

本次样品循环比对计划中, 贵实验室的代码为: LAB***

为保证样品能力验证计划的顺利进行, 特要求参加单位认真遵循下列条款:

1. 样品

此次比对共有 4 个样品, 各实验室根据报名参加情况, 核对样品含量范围:

铅精矿		镍精矿		铅精矿		锌精矿	
Cu	12-20%	Ni	5-10%	Pb	40-48%	Zn	45-55%
Au	3-8g/t	Cu	1-4%	Au	4-10g/t	Cd	0.1-0.3%
Ag	250-400g/t			Ag	2500-3500g/t	Ag	200-400g/t

所有样品均为铝膜真空包装, 贴有联盟样品唯一标识。收到样品后, 首先确认样品是否完整。

2. 样品预处理与检测: 样品在 100-105℃ 条件下烘 1h 后置于干燥器中, 冷至室温; 各实验室应在重复性条件下测定样品中各元素; 提供方法的名称和编号, 企业内部方法请注明。

3. 结果反馈

1) Cu、Pb、Zn、Cd 结果以质量百分数报出, 实验室对每个测试项目测试 2 次以上 (有条件的建议测试 6 次及以上), 同时计算平均结果。有效数字规定报出: xx.xx%, x.xx%, 0.xxx%, 0.0xxx%。

2) Au、Ag 结果以 g/t 形式报出, 实验室对每个测试项目测试 2 次以上 (有条件的建议测试 6 次及以上), 同时计算平均结果。有效数字规定报出: Au 结果小数点后二位 x.xxg/t, Ag 结果小数点后一位 x.xg/t。

3) 实验室结果反馈途径: 提交电子版报告最迟在 2019 年 9 月 30 日之前报结果, 报告表寄送联盟秘书处, 同时发送电子版至 bkceshi@bgrimm.com, 报告日期以寄出为准, 未按期提交结果的实验室, 将不列入统计。

4) 有关资料电子版请在 <http://www.bkmtc.com> 上下载。

4. 保密

比对为联盟能力验证, 为各实验室真实情况反应, 严禁互相串通结果。

联络方式: 北京市大兴区北兴路东段 22 号院 1 号楼 A702 室, 邮编 102628

电话: 010-59069658

Email: bkceshi@bgrimm.com网址: <http://www.bkmtc.com>

中国矿冶检测机构联盟

2019-8-20

矿冶 | 有品质才有市场
科学技术指引未来
有改善才有进步

