

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 955.2—XXXX

粗银化学分析方法  
钯含量的测定  
火焰原子吸收光谱法和  
电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for Chemical analysis of crude silver—  
Determination of palladium content—  
flame atomic absorption spectrometry and  
Inductively Coupled Plasma Emission Spectrometry

(征求意见稿)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布



## 前 言

本文件按照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》的规定起草。

本文件是YS/T 955《粗银化学分析方法》的第2部分。YS/T 955分为以下3个部分：

——第1部分：银量的测定 火试金法；

——第2部分：钯量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第3部分：金含量的测定 火试金富集-电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本文件是对YS/T 955.2-2014《粗银化学分析方法 第2部分：钯量的测定 火焰原子吸收光谱法》的修订。本文件与YS/T 955.2-2014相比主要变化如下：

——增加了方法2电感耦合等离子体发射光谱法。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本标准起草单位

本标准主要起草人：。

## 引 言

粗银是银冶炼过程中的一种重要的中间产品，由各种含银物料冶炼形成的非精炼银，是制备银锭和硝酸银的主要原料。粗银中不仅含有主体银，富集有金和钯等贵金属，有很高的经济价值。建立一套针对粗银化学成分的分析方法标准是十分必要的。

YS/T 955《粗银化学分析方法》由3个部分构成。

——第1部分：银量的测定 火试金法；

——第2部分：钯量的测定 原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第3部分：金含量的测定 火试金富集-电感耦合等离子体原子发射光谱法；

本文件目的在于规范粗银中钯含量的测试方法及其精密度。钯作为粗银中重要的有价元素，其含量多少影响其市场价值。因此，十分有必要针对钯含量的测定单独编制一个标准。本文件的制定为科学、准确的测定粗银的钯含量提供了依据，对于减少供需双方之间因检测误差造成的商业纠纷以及促进产品的贸易发展具有重要作用。

# 粗银化学分析方法

## 第 2 部分：钯含量的测定

### 原子吸收光谱法和电感耦合等离子原子体发射光谱法

#### 1 范围

本标准规定了粗银中钯含量的测定方法。

本标准适用于粗银中钯含量的测定。方法 1 测定范围：100g/t~4000g/t；方法 2 测定范围：20g/t~5000g/t。

#### 2 方法 1 原子吸收光谱法

##### 2.1 方法提要

采用火试金包铅灰吹，分离粗银中的贱金属杂质，钯富集于合粒中。合粒经硝酸分解，氯化银沉淀分离银，在 5%混合酸介质中使用空气—乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长 247.6nm 处，测量钯的吸光度，计算钯量。

##### 2.2 试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

2.2.1 铅箔：纯铅 ( $w_{\text{Pb}} \geq 99.99\%$ ) 厚度约 0.1mm。

2.2.2 盐酸 ( $\rho 1.19\text{g/mL}$ )。

2.2.3 硝酸 ( $\rho 1.42\text{g/mL}$ )。

2.2.4 冰乙酸 ( $\rho 1.42\text{g/mL}$ )。

2.2.5 混合酸：盐酸 (2.2.2) 与硝酸 (2.2.3) 以体积比 3 : 1 混合配制。

2.2.6 稀混合酸 (5+95)：取 5 份混合酸 (2.2.5) 与 95 份水混合配制。

2.2.7 硝酸 (1+7)。

2.2.8 醋酸 (1+3)。

2.2.9 钯标准贮存溶液：称取 0.1000g 钯 ( $w_{\text{Pd}} \geq 99.99\%$ ) 于 100mL 烧杯中，加入 20mL 混合酸 (2.2.5)，加热溶解后，加入 5 滴 200g/L 氯化钠溶液，于水浴上蒸至近干，加入 20mL 盐酸溶解，移入 100mL 容量瓶中，冷却至室温，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1mL 含 1000 $\mu\text{g}$  钯。

2.2.10 钯标准溶液：移取 10.00mL 钯标准贮存溶液 (2.2.9) 于 100mL 容量瓶中，加 10mL 混合酸

(2.2.5), 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1mL 含 100 $\mu$ g 钇。

## 2.3 仪器与设备

2.3.1 分析天平: 感量 0.1mg。

2.3.2 试金电炉。

2.3.3 灰皿机。

2.3.4 镁砂灰皿: 顶部内径约 35mm, 底部外径约 40mm, 高 30cm, 深约 17mm。

制法: 85 份镁砂与 15 份水泥 (重量比) 混匀, 加入适量的水搅拌均匀, 在灰皿机 (2.3.3) 上压制成型, 阴干两个月后备用。

2.3.5 瓷坩埚: 容积为 30mL。

2.3.6 原子吸收光谱仪, 附钇空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下, 凡能达到下列指标的原子吸收光谱仪均可使用:

—特征浓度: 在与测量试液的基本一致的溶液中, 钇的特征浓度不大于 0.1 $\mu$ g/mL。

—精密性: 用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度, 其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%; 用最低浓度的标准溶液 (不是“零浓度”标准溶液) 测量 10 次吸光度, 其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%。

—工作曲线线性: 将工作曲线按浓度等分为 5 段, 最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比, 应不小于 0.7。

## 2.4 分析步骤

### 2.4.1 试料

按表 1 称取试样, 精确至 0.0001g。

表 1 试料称样量及定容体积

钇的质量分数 (g/t)	试料量 (g)	定容体积 (mL)
>100~400	0.50	50
>400~1000	0.30	100
>1000~4000	0.20	200

### 2.4.2 测定次数

独立地进行两次测定, 取其平均值。

### 2.4.3 空白试验

随同试料做空白试验。

## 2.4.4 测定

### 2.4.4.1 灰吹

试料(2.4.1)包裹于 5.0g 铝箔中,放入已在 900°C 试金炉中预热 20min~30min 的灰皿中,关闭炉门 1 min~2min,待熔铅脱膜后半开炉门,同时控制炉温在 880°C 进行灰吹,当合粒出现光辉点,灰吹即告结束。取出冷却后,取出合粒置于瓷坩埚(2.3.5)中。

### 2.4.4.2 溶解

加 10mL 醋酸(2.2.8)于放置合粒的瓷坩埚中,加热煮沸后,用水洗净合粒、烘干,将合粒锤平成薄片,放回原瓷坩埚中,加入约 10mL 热硝酸(2.2.7),于电热板上加热,保持近沸,使银溶解。待反应停止后继续加热 5min~10min,小心倾出分金溶液于 50mL 烧杯中,用蒸馏水洗涤 3 次,洗涤液也合并于分金液中。加入 2mL 盐酸(2.2.2),加热煮沸 1 min~2min。冷却后,按表 1 转移至相应体积的容量瓶中,以稀混合酸(2.2.6)稀释至刻度,混匀。

### 2.4.4.3 测定

取静置后的上清液(2.4.4.2),在火焰原子吸收光谱仪上,于波长 247.6nm 处,用空气-乙炔火焰,以水调零,测定试液及随同试料空白的吸光度。在工作曲线上查出相应的钯的质量浓度。

## 2.5 工作曲线的绘制

2.5.1 移取 0mL、0.50mL、1.00mL、2.00mL、3.00mL、4.00mL 钯标准溶液(2.2.10)于一组 100mL 容量瓶中,用稀混合酸(2.2.6)稀释至刻度,混匀。

2.5.2 使用空气-乙炔火焰,在与试料测定相同条件下,于火焰原子吸收光谱仪波长 247.6 nm 处,以水调零,测量系列标准溶液的吸光度,减去“零”浓度溶液的吸光度,以钯的质量浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

## 2.6 试验数据处理

钯含量以钯的质量分数  $w_{Pd}$  计,数值以 g/t 表示,按式(1)计算:

$$w_{Pd} = \frac{(\rho - \rho_0) \times V}{m} \dots\dots\dots$$

(1)

式中:

$\rho$ ——自工作曲线上查得的测定溶液中钯的质量浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$\rho_0$ ——自工作曲线上查得空白溶液中钯的质量浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$V$ ——试液定容体积,单位为毫升(mL);

$m$ ——试料的质量,单位为克(g)。

计算结果表示到整数位。

## 2.7 精密度

### 2.7.1 重复性

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（ $r$ ）按表 2 数据采用线性内插法求得。

表 2

$w_{Pd}$ (g/t)	203	438	1298	3429
$r$ (g/t)	9	19	62	81
注：重复性限（ $r$ ）为 $2.8 \times S_r$ ， $S_r$ 为重复性标准差。				

### 2.7.2 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（ $R$ ）按表 3 数据采用线性内插法求得。

表 3

$w_{Pd}$ (g/t)	203	438	1298	3429
$R$ (g/t)	11	28	66	86
注：再现性限（ $R$ ）为 $2.8 \times S_R$ ， $S_R$ 为再现性标准差。				

## 3 方法 2 电感耦合等离子体原子发射光谱法

### 3.1 方法提要

采用火试金包铅灰吹，分离粗银中的贱金属杂质，钯富集于含银合粒中。合粒经硝酸分解，氯化银沉淀分离银，在 5% 混合酸介质中使用，于电感耦合等离子体发射光谱仪相应波长处，测量钯的发射强度，通过标准曲线法计算钯含量。

### 3.2 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.2.1 铅箔：纯铅（ $w_{Pd} \geq 99.99\%$ ）厚度约 0.1mm。

3.2.2 盐酸（ $\rho 1.19\text{g/mL}$ ）。

3.2.3 硝酸 ( $\rho 1.42\text{g/mL}$ )。

3.2.4 冰乙酸 ( $\rho 1.42\text{g/mL}$ )。

3.2.5 混合酸：盐酸 (3.2.2) 与硝酸 (3.2.3) 以体积比 3 : 1 混合配制。

3.2.6 稀混合酸 (5+95)：取 5 份混合酸 (3.2.5) 与 95 份水混合配制。

3.2.7 硝酸 (1+7)。

3.2.8 醋酸 (1+3)。

3.2.9 钪标准贮存溶液：称取 0.1000g 钪 ( $w_{\text{pd}} \geq 99.99\%$ ) 于 100mL 烧杯中，加入 20mL 混合酸 (3.2.5)，加热溶解后，加入 5 滴 200g/L 氯化钠溶液，于水浴上蒸至近干，加入 20mL 盐酸溶解，移入 100mL 容量瓶中，冷却至室温，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1mL 含 1000 $\mu\text{g}$  钪。

3.2.10 钪标准溶液：移取 10.00mL 钪标准贮存溶液 (3.2.9) 于 100mL 容量瓶中，加 10mL 混合酸 (3.2.5)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1mL 含 100 $\mu\text{g}$  钪。

### 3.3 仪器设备

3.3.1 分析天平：感量 0.1mg。

3.3.2 试金电炉。

3.3.3 灰皿机。

3.3.4 镁砂灰皿：顶部内径约 35mm，底部外径约 40mm，高 30cm，深约 17mm。

制法：85 份镁砂与 15 份水泥（重量比）混匀，加入适量的水搅拌均匀，在灰皿机 (3.3.3) 上压制成型，阴干两个月后备用。

3.3.5 瓷坩埚：容积为 30mL。

3.3.6 电感耦合等离子体发射光谱仪，在仪器最佳工作条件下，应满足下列要求：

——分辨率：200 nm 时光学分辨率不大于 0.010 nm。

——仪器稳定性：用 1.00 $\mu\text{g/mL}$  的钪标准溶液测量 11 次其发射强度的相对标准偏差均不超过 2.0%。

——钪元素推荐的分析谱线为 340.458nm。

### 3.4 试验步骤

#### 3.4.1 试料

称取 0.4 g 样品，精确至 0.0001 g。

#### 3.4.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

### 3.4.3 空白试验

随同试料做空白试验。

### 3.5 测定

3.5.1 灰吹：试料(3.4.1)包裹于15.0g铅箔中，放入已在900°C试金炉中预热20min~30min的灰皿中，关闭炉门1min~2min，待熔铅脱膜后半开炉门，同时控制炉温在880°C进行灰吹，当合粒出现光辉点，灰吹即告结束。取出冷却后，取出合粒置于瓷坩埚(3.3.5)中。

3.5.2 溶解：加10mL醋酸(3.2.8)于放置合粒的瓷坩埚中，加热微沸后，用水洗净合粒、烘干，将合粒锤平成薄片，放回原瓷坩埚中，加入约10mL热硝酸(3.2.7)，于电热板上加热，保持近沸，使银溶解。待反应停止后继续加热5min~10min，小心倾出分金溶液于50mL烧杯中，用蒸馏水洗涤3次，洗涤液也合并于分金液中。瓷坩埚中加入3mL混合酸(3.2.5)，加热至金粒完全溶解，溶液转移至含分金液的50mL烧杯中，低温加热至烧杯中的溶液约1mL~2mL，冷却后转移至相应体积的容量瓶中，以稀混合酸(3.2.6)稀释至刻度，混匀。

3.5.3 测定：取静置后的上清液(3.5.2)，在电感耦合等离子体发射光谱仪上，于波长340.458 nm处，以水调零，测定试液及随同试料空白的发射强度，在工作曲线上查出相应的钯的质量浓度。

### 3.6 工作曲线绘制

3.6.1 移取0mL、0.20mL、1.00mL、2.00mL、3.00mL、4.00mL钯标准溶液(3.2.10)于一组100mL容量瓶中，用稀混合酸(3.2.6)稀释至刻度，混匀。。

3.6.2 在与试料测定相同条件下，于电感耦合等离子体发射光谱仪波长340.458 nm处，以水调零，测量系列标准溶液的发射强度，减去“零”浓度溶液的发射强度，以钯的质量浓度为横坐标，发射强度为纵坐标绘制工作曲线。

### 3.7 试验数据处理

钯含量以钯的质量分数  $w_{Pd}$  计，数值以 g/t 表示，按公式(2)计算：

$$w_{Pd} = \frac{(\rho - \rho_0) \times V}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$\rho$ ——自工作曲线上查得的测定溶液中钯的质量浓度，单位为微克每毫升 ( $\mu\text{g/mL}$ )；

$\rho_0$ ——自工作曲线上查得空白溶液中钯的质量浓度，单位为微克每毫升 ( $\mu\text{g/mL}$ )；

$V$ ——试液定容体积，单位为毫升 (mL)；

$m$ ——试料的质量，单位为克 (g)；

计算结果表示到整数位。

### 3.8 精密度

#### 3.8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表1给出的平均值范围内，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（ $r$ ）按表5数据采用线性内插法或外延法求得。精密度实验原始数据参见附录A。

表 5 重复性限

$w_{Pd}$ / (g/t)	38	89	751	1167	1790	4641
$r$ / (g/t)	2	4	15	27	37	74

#### 3.8.2 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，在表2给出的平均值范围内，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（ $R$ ）按表6数据采用线性内插法或外延法求得。精密度实验原始数据参见附录A。

表 6 再现性限

$w_{Pd}$ / (g/t)	38	89	751	1167	1790	4641
$R$ / (g/t)	3	7	33	77	87	133

### 3.9 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- 试验对象；
- 本文件编号；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期。

# 粗银化学分析方法

## 第 2 部分：钯含量的测定 火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发 射光谱法

编制说明

(预审稿)

2023 年 7 月

# 粗银化学分析方法

## 第 2 部分：钯含量的测定

### 火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法

#### 编制说明

#### 一、工作简况

##### （一）任务来源

1.1 计划批准文件名称、文号及项目编号、项目名称、计划完成年限、项目名称更改说明、编制组成员（单位）

根据工业和信息化部办公厅关于印发“2022 年第一批行业标准制修订和外文版项目计划”（工信厅科函〔2022〕94 号）的文件精神，行业标准《粗银化学分析方法 第 2 部分：钯含量的测定 火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法》由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口，项目计划编号：2022-0240T-YS，由北矿检测技术股份有限公司牵头起草，该标准计划完成年限 2023 年。

##### 1.2 项目编制组单位变化情况

2022 年 7 月 18 日~21 日，由全国有色金属标准化技术委员会主持，在河南省洛阳市召开了《粗银化学分析方法 第 2 部分：钯含量的测定 火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法》标准修订任务落实会，会议确定了标准制定的起草单位和参与验证单位，落实了标准计划项目的进度安排和分工。会议对本标准的起草工作进展进行说明，协助起草单位包括中金岭南韶关冶炼厂、铜陵有色金属集团控股有限公司、广州有色金属研究院、紫金铜业有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、水口山有色金属集团有限公司、云南铜业西南铜业分公司、云南黄金矿业集团贵金属检测有限公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、郴州质检、大冶有色设计研究院、山西北方铜业有限公司、中船重工黄冈贵金属有限公司、桐柏鸿鑫新材料有限公司。

##### （二）主要参加单位和工作组成员及其所做的工作

##### 2.1 主要参加单位情况

标准主编单位北矿检测技术股份有限公司，在标准的编制过程中，积极收集相关的国内外标准和文献，根据日常积累的经验 and 实际试验，确立了试验方案，编制了试验报告和标准文本，并发给参与标准起草的单位进行验证，并提出相关的修改意见。根据各单位反馈情况，确定了最终试验报告和方法文本。

中金岭南韶关冶炼厂、铜陵有色金属集团控股有限公司、广州有色金属研究院、紫金铜业有限公司、水口山有色金属集团有限公司担任试验验证的一验工作。

云南铜业西南铜业分公司、云南黄金矿业集团贵金属检测有限公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、郴州质检、大冶有色设计研究院、山西北方铜业有限公司、中船重工黄冈贵金属有限公司、担任试验验证的二验工作。

##### 2.2 主要工作成员所负责的工作情况

本标准主要起草人及工作职责见表 1。

表 1 本标准主要起草人及工作职责

起草人	工作职责
王皓莹、刘宇	负责标准起草的组织协调、试验方案的确定和各类报告、文本、材料的撰写工作
吴卓葵、杨建兵等	参与标准试验验证一验工作
周专、曾静等	参与标准试验验证二验工作

### (三) 主要工作过程

2022年7月18日~21日,由全国有色金属标准化技术委员会主持,在河南省洛阳市召开了《粗银化学分析方法 第2部分:钯含量的测定 火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法》标准修订任务落实会。会议确定了标准制定的起草单位和参与验证单位,落实了标准计划项目的进度安排和分工。会议对粗银化学分析方法中第2部分的修订工作进展进行说明,计划在11月前完成样品收集工作和方法草案及实验报告的完成,2023年4月前收到验证报告,6月预审,8月审定。

#### 3.1 预研阶段

2020年开始,对粗银中钯的化学分析方法进行调研和文献检索,增加了电感耦合等离子体原子发射光谱法测定Pd含量的方法,确定该方法测定范围由原标准100g/t~4000g/t扩展到20g/t~5000g/t。

#### 3.2 立项阶段

2020年10月,北矿检测技术股份有限公司向全国有色金属标准化技术委员会重金属分会(SAC/TC243/SC2)提交行业标准《粗银化学分析方法 第2部分 钯含量的测定 火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体发射光谱法》项目建议书及标准立项报告等材料。

2022年5月13日,工业和信息化部印发“2022年第一批行业标准制修订和外文版项目计划”(工信厅科函(2022)94号),行业标准《粗银化学分析方法 第2部分 钯含量的测定 火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体发射光谱法》立项成功,完成年限为2023年,技术归口单位为全国有色金属标准化技术委员会。

#### 3.3 起草阶段

2022年7月18日~21日,由全国有色金属标准化技术委员会主持,在河南省洛阳市召开了有色标准工作会议,来自北矿检测技术股份有限公司、中金岭南韶关冶炼厂、铜陵有色金属集团控股有限公司、广州有色金属研究院、紫金铜业有限公司、国合通用(青岛)测试评价有限公司、水口山有色金属集团有限公司、云南铜业西南铜业分公司、云南黄金矿业集团贵金属检测有限公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、郴州质检、大冶有色设计研究院、山西北方铜业有限公司、中船重工黄冈贵金属有限公司、桐柏鸿鑫新材料有限公司等单位参加了会议,会议对《粗银化学分析方法 第2部分:钯含量的测定 火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法》进行了任务落实。

2022年7月至8月,北矿检测技术股份有限公司接收任务后,组建《粗银化学分析方法 第2部分:钯含量的测定 火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法》行业标准修订小组,主要由单位技术人员组成。标准修订小组对拟制定分析方法开展了多方调研、资料收集和试验工作,讨论、策划试验方案后安排工作进度并实施,结合电感耦合等离子体原子发射光谱法测定钯含量原理以及试验结果,形成了标准草案。

2022年9月至11月,北矿检测技术股份有限公司根据标准草案,收集和制备了5个钯含量不同梯度的样品。

2022年12月至2023年4月,北矿检测技术股份有限公司进行条件试验论证,得到科学合理的试验条件。

2023年5月标准编制工作组撰写标准文本及试验报告形成讨论稿,并连同统一样品寄给各验证单位,开展验证试验。

2023年6月标准编制工作组陆续收到各验证单位发来的验证报告和反馈意见，对精密度试验数据进行汇总、统计和分析，完善标准征求意见稿和编制说明，形成征求意见稿。

### 3.4 征求意见阶段

(1) 第一次讨论及预审：2022年7月18日~21日，全国有色金属标准化技术委员会在河南省洛阳市召开有色金属标准工作会议，会议确定了标准制定的起草单位和参与验证单位，落实了标准计划项目的进度安排和分工。2023年5月形成了讨论稿，在此之后各验证单位进行实验后，对本标准的主要修改意见如下：

1) “试验报告 5.5 工作曲线的绘制中的 (3.11) 表述有误，应该为 (3.10)。(中国检验认证集团广西分公司、紫金铜业有限公司)”，采纳。

2) “试验报告 5.4.2 溶解部分中所用的器皿为 30ml 的瓷坩埚，试验过程反应剧烈，溶液会溅到杯壁而造成结果偏低，建议更换为 50ml 烧杯。(中国检验认证集团广西分公司)”，不采纳。加入溶解金粒的混合酸很少，30mL 瓷坩埚已满足体积要求。同时 30mL 瓷坩埚更贴近火试金日常应用。

3) “标准文本中的方法 1 中 2.4.4.1 灰吹，所用的铅箔为 5g 与方法 2 中 3.5.1 灰吹所用的铅箔为 15g，表述不一致。(中国检验认证集团广西分公司)”，不采纳。方法 2 与方法 1 的称样量不一致，在除杂能力上所用铅箔也不一致。试验报告有其中相应验证。

4) “向 50mL 容量瓶中加入 0.5mL 钯标准溶液 (3.9)，向 100mL 容量瓶中加入 1.0mL 钯标准溶液 (3.9)。中钯标准溶液应该为钯标准贮存溶液。(紫金铜业有限公司)”，采纳。

5) “溶解部分中加 10mL 醋酸 (3.4)，(3.4) 为冰乙酸 ( $\rho$  1.42g/mL)，建议用浓度为 (1+3) 乙酸清洗，与其他火试金标准保持一致。(中国检验认证集团广西分公司)”，采纳。已更正。“加 10mL 醋酸 (3.8) 于放置合粒的瓷坩埚中”。

6) ““镁砂灰皿”灰皿的制法没必要在这说明，镁砂灰皿已经有了产品标准 (深圳市中金岭南有色金属股份有限公司)”，不采纳。镁砂灰皿产品标准未完全普及，暂时不引入此标准。

7) ““3.5.2 溶解”中“转移至相应体积的容量瓶中”，建议在前面增加“不同含量的物料对应相应测定体积表”，方便操作。(深圳市中金岭南有色金属股份有限公司)”，不采纳。虽然规定定容体积方法操作，也能更好的降低方法的重复性和再限行，但是同时规定后的定容体积使方法应用的灵活性降低，不贴近日常的实际工作。

8) “建议灰吹后与不灰吹直接溶解测定法做比较。(深圳市中金岭南有色金属股份有限公司)”，不采纳。灰吹法能解决各种类型的粗银，包括包含各类金属和非金属杂质粗银。直接溶解法不能消除粗银中的共存金属，在测定时，大量的共存金属存在基体干扰风险。

9) “5.4.2 中溶解后转移至相应体积的容量瓶中，在做样品之前不知道钯的含量，是不是加个预试验或者按照钯的不同品位进行划分。(大冶有色设计研究院)”，不采纳。样品含量预测，是检测过程中的共性问题，不在此做特别规定。

#### (2) 发函征求意见阶段

2023年7月，本编制组通过发函、在中国有色金属标准质量信息网上公开和会议讨论等形式对《粗银化学分析方法 第2部分：钯含量的测定 火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法》标准征求意见稿进行意见征询。共发征求意见稿 10 份，其中科研院所 7 份，占比 70%，生产企业 3 份，占比 30%，回函 10 份，回函有意见或建议的单位 6 份。根据征求意见稿的回函情况，针对反馈意见，编写了《标准征求意见稿意见处理汇总表》。

#### 各验证单位对本标准的主要修改意见回复：

### 3.5 审查阶段

### 3.6 报批阶段

## 二、标准编制原则

### 1. 标准编写原则和编写格式

本标准是根据 GB/T1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写规则》和 GB/T20001.4-2001《标准编写规则 第4部分：化学分析方法》的要求进行编写的。编制本标准的目的是以能满足粗银中钯含量的准确快速测定要求为基础。编制本标准的原则是准确、具有一定的先进性和操作简单性。根据国情制订技术规范并力求与国外先进技术接轨。

主要技术路线：在国内银冶炼行业，循环经济逐渐发展壮大，含有钯的银冶炼原料比例逐年增加，同时原料中钯含量也逐步上升，使冶炼产物粗银中的钯含量范围在发生变化，粗银中钯的含量下限变的更小，而含量上限也变的更大，原标准方法中的原子吸收光谱法已经不能完全覆盖此检测范围，这也是此次标准方法修订的必要性。所以对原标准进行修订，在保留原子吸收光谱法的前提下，增加电感耦合等离子体原子发射光谱法。测定范围由原标准 100g/t~4000g/t，扩展到 20g/t~5000g/t，并确定方法的准确度及精密度，最终形成行业标准。

### 三、标准主要内容的确定依据及主要试验和验证情况分析

对仪器工作条件的选择、测定介质及浓度的影响、测定基体的影响和基体中各共存离子的干扰情况进行试验，具体结果见试验报告（附件1）。

#### 1. 干扰试验

粗银的主体是银。灰吹后的银合粒经硝酸溶解，加入盐酸后，银以氯化银形式沉淀，此沉淀是否对钯有吸附作用，溶液残留的银离子对钯的测定是否有干扰，可采用加标回收来验证。分别称取质量为 0 mg, 200 mg, 300mg, 400mg, 500mg 的纯银金属各两份，分别置于 100mL 烧杯中。加入 10mL 硝酸(1+1)，使银粒完全溶解，加入 10mL 盐酸，低温加热，摇散氯化银沉淀，蒸至 2mL~3 mL。一份转移至 50 mL 容量瓶中，另一份转移至 100 mL 容量瓶中，向 50mL 容量瓶中加入 0.5mL 钯标准溶液（1000 $\mu$ g/mL），向 100mL 容量瓶中加入 1.0mL 钯标准溶液（1000 $\mu$ g/mL），以 5%混合酸（盐酸与硝酸体积比 3：1）稀释至刻度，混匀。静置至溶液澄清，测定 Pd 的浓度，结果见表 2。

表 2 测定基体的影响

纯银 (mg)	0	200	300	400	500
Pd 检出量(mg/L, 定容 50mL)	10.05	10.06	9.93	9.92	10.08
回收率 (%)	100.5	100.6	99.3	99.2	100.08
Pd 检出量(mg/L 定容 100mL)	10.08	10.10	9.98	9.91	10.03
回收率 (%)	100.8	101.0	99.8	99.1	100.3

由表 2 的数据可以看出，200mg~500mg 纯银基体对钯的测定没有影响。

粗银经灰吹后，大部分贱金属杂质已被除去，得到的银合粒含有贵钯属元素和微量铅、铋、铜、碲。试验移取 1mL 钯标准溶液（1000 $\mu$ g/mL）于一组 100mL 容量瓶中，加入 10mL 混合酸(盐酸与硝酸体积比 3：1)，加入铅、铋、铜、碲和贵金属元素可能存在的量，用水稀释至刻度，混匀。考察共存元素对钯的测定干扰情况，结果见表 3。

表 3 共存元素干扰试验

共存元素含量 ( $\mu$ g/mL)	Cu 100	Pb 100	Bi 100	Te 100	Au 100	Pt 100	Cu100、Pb100、Bi100、Te100、 Au100、Pt100
Pd 检出量 (mg/L)	10.05	9.90	9.91	9.99	10.09	10.02	10.03

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/536053032122010211>