



中华人民共和国国家标准

GB/T 7739. 15—202×

金精矿化学分析方法 第 15 部分： 铂族元素量的测定

Methods for chemical analysis of gold concentrates—Part 15:

Determination of platinum group elements

(征求意见稿)

202×-××-××发布

202×-××-××实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会

发 布

目 次

前言	III
引言	IV
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 方法 1：铅试金富集-电感耦合等离子体质谱法	1
4.1 原理	1
4.2 试剂或材料	1
4.3 仪器设备	2
4.4 样品	2
4.5 试验步骤	3
4.6 试验数据处理	4
4.7 精密度	5
4.8 试验报告	5
5 方法 2：镍铈试金富集-电感耦合等离子体质谱法	6
5.1 原理	6
5.2 试剂或材料	6
5.3 仪器设备	6
5.4 样品	7
5.5 试验步骤	7
5.6 试验数据处理	8
5.7 精密度	8
5.8 试验报告	9
附录 A（资料性） 仪器参考工作条件	10

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。

本文件为 GB/T 7739《金精矿化学分析方法》的第15部分，GB/T 7739 已经发布了以下13个部分：

- 第1部分：金量和银量的测定；
- 第2部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第3部分：砷量的测定；
- 第4部分：铜量的测定；
- 第5部分：铅量的测定；
- 第6部分：锌量的测定；
- 第7部分：铁量的测定；
- 第8部分：硫量的测定；
- 第9部分：碳量的测定；
- 第10部分：铈量的测定；
- 第12部分：砷、汞、镉、铅和铋量的测定 原子荧光光谱法；
- 第13部分：铅、锌、铋、镉、铬、砷和汞量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第14部分：铈量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法和电感耦合等离子体质谱法。

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。

本文件由全国黄金标准化技术委员会（SAC/TC 379）提出并归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

引 言

原矿经过选别作业处理后，其主要成分已在精矿中富集，同时矿石的次要成分和其他伴生金属也得到回收，GB/T 7739《金精矿化学分析方法》旨在帮助黄金工矿企业准确了解金精矿的主要成分及杂质含量，有利于优化选冶工艺控制参数，精准控制药剂消耗、减少杂质元素对冶炼提纯过程的干扰、提高各有价元素的综合回收率，能够为整个黄金行业资源的高效回收利用、可持续绿色健康发展及智慧矿山的建设提供技术支撑。GB/T 7739 拟由 14 个部分构成。

- 第 1 部分：金量和银量的测定。目的在于规定金精矿中金量和银量测定的火试金重量法、活性炭富集-火焰原子吸收光谱法和活性炭富集-碘量法及各方法适用的测定范围。
- 第 2 部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法。目的在于规定金精矿中银量测定的火焰原子吸收光谱法及适用的测定范围。
- 第 3 部分：砷量的测定。目的在于规定金精矿中砷量测定的二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法和重铬酸钾滴定法及各方法适用的测定范围。
- 第 4 部分：铜量的测定。目的在于规定金精矿中铜量测定的火焰原子吸收光谱法和硫代硫酸钠碘量法及各方法适用的测定范围。
- 第 5 部分：铅量的测定。目的在于规定金精矿中铅量测定的原子吸收光谱法和乙二胺四乙酸二钠滴定法及各方法适用的测定范围。。
- 第 6 部分：锌量的测定。目的在于规定金精矿中锌量测定的原子吸收光谱法和乙二胺四乙酸二钠滴定法及各方法适用的测定范围。
- 第 7 部分：铁量的测定。目的在于规定金精矿中铁量测定的重铬酸钾滴定法及适用的测定范围。
- 第 8 部分：硫量的测定。目的在于规定金精矿中硫量测定的硫酸钡重量法和燃烧-酸碱滴定法及各方法适用的测定范围。
- 第 9 部分：碳量的测定。目的在于规定金精矿中碳量测定的乙醇-乙醇胺-氢氧化钾滴定法及适用的测定范围。
- 第 10 部分：铋量的测定。目的在于规定金精矿中铋量测定的硫酸铋滴定法和氢化物发生-原子荧光光谱法及各方法适用的测定范围。
- 第 12 部分：砷、汞、镉、铅和铋量的测定 原子荧光光谱法。目的在于规定金精矿中砷、汞、镉、铅和铋量测定的氢化物发生-原子荧光光谱法及适用的测定范围。
- 第 13 部分：铅、锌、铋、镉、铬、砷和汞量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的在于规定金精矿中铅、锌、铋、镉、铬、砷和汞量测定的电感耦合等离子体原子发射光谱法及适用的测定范围。
- 第 14 部分：铊量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法和电感耦合等离子体质谱法。目的在于规定金精矿中铊量测定的电感耦合等离子体原子发射光谱法和电感耦合等离子体质谱法及各方法适用的测定范围。
- 第 15 部分：铂族元素量的测定。目的在于规定金精矿中铂、钯、铑、铱、钌量测定的火试金富集电感耦合等离子体质谱法和镍铈试金富集-电感耦合等离子体质谱法及适用的测定范围。

金精矿化学分析方法 第15部分：铂族元素量的测定

1 范围

本文件规定了金精矿中铂族元素铂、钯、铑、铱、钇量的测定方法。

本文件适用于金精矿中铂族元素铂、钯、铑、铱、钇量的测定。方法1 铅试金富集-电感耦合等离子体质谱法测定范围：铂 10.00 ng/g~10 000.00 ng/g，钯 15.00 ng/g~22 000.00 ng/g；方法2 镍试金富集-电感耦合等离子体质谱法测定范围：铂 10.00 ng/g~10 000.00 ng/g，钯 10.00 ng/g~10 000.00 ng/g，铑 10.00 ng/g~10 000.00 ng/g，铱 10.00 ng/g~10 000.00 ng/g，钇 10.00 ng/g~10 000.00 ng/g。

本文件不适用于金精矿中铂族元素钼量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 17433 冶金产品化学分析基础术语

3 术语和定义

GB/T 17433 界定的术语和定义适用于本文件。

4 方法1：铅试金富集-电感耦合等离子体质谱法

4.1 原理

试料经配料、熔融，获得适当质量的含有贵金属的铅扣与易碎性熔渣，铅扣经灰吹后形成贵金属合粒，贵金属合粒经硝酸和盐酸消解后，在混合酸介质中，用电感耦合等离子体质谱测定铂、钯的强度值，按标准曲线法计算铂、钯量。

4.2 试剂或材料

除非另有说明，在试验中应使用确认为分析纯的试剂和二次蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

- 4.2.1 碳酸钠：粉状。
- 4.2.2 氧化铅：粉状，不含铂钯。
- 4.2.3 二氧化硅：粉状。
- 4.2.4 玻璃粉。
- 4.2.5 硼砂：粉状。
- 4.2.6 硝酸钾：粉状。
- 4.2.7 面粉。

4.2.8 覆盖剂：硼砂（4.2.5）与碳酸钠（4.2.1）质量比1:2，混匀。

4.2.9 纯银： $w_{\text{Ag}} \geq 99.99\%$ 。

4.2.10 盐酸： $\rho = 1.19 \text{ g/mL}$ ，优级纯。

4.2.11 硝酸： $\rho = 1.42 \text{ g/mL}$ ，优级纯。

4.2.12 硝酸：（1+1）。

4.2.13 乙酸：（1+3）。

4.2.14 银溶液： $\rho = 10 \text{ g/L}$ 。称取 $w_{\text{Ag}} \geq 99.99\%$ 的 5.000 g 纯银，置于 300 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸（4.2.12），低温加热至完全溶解，冷却至室温，移入 500 mL 容量瓶中，用硝酸溶液洗涤烧杯，洗液合并入容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

注：此溶液 1 mL 含 10 mg 银。

4.2.15 混合酸：由盐酸（4.2.10）和硝酸（4.2.11）按照体积比 3:1 混合搅拌均匀，现用现配。

4.2.16 铂、钯、铑标准溶液： $\rho = 1\,000 \text{ }\mu\text{g/mL}$ ，市售有证标准物质单元素标准溶液。

4.2.17 铂、钯标准混合溶液I：分别吸取铂标准溶液（4.2.16）、钯标准溶液（4.2.16）各 2.00 mL 于 100 mL 容量瓶中，加 5 mL 混合酸（4.2.15），以水稀释至刻度，混匀。

注：此溶液 1 mL 分别含有 20 μg 铂和钯。

4.2.18 铂、钯标准混合溶液II：移取 5.00 mL 铂、钯标准混合溶液I（4.2.17）于 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 混合酸（4.2.15），用水稀释至刻度，混匀。

注：此溶液 1 mL 分别含有 1 000 ng 铂和钯。

4.2.19 铑内标溶液I：移取 1.00 mL 铑标准溶液（4.2.16）于 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 混合酸（4.2.15），用水稀释至刻度，混匀。

注：此溶液 1 mL 含 1 μg 铑。

4.2.20 铑内标溶液II：移取 2.00 mL 铑内标溶液I（4.2.19）于 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 混合酸（4.2.15），用水稀释至刻度，混匀。

注：此溶液 1 mL 含 20 ng 铑。

4.3 仪器设备

4.3.1 天平：感量不大于 0.01 g。

4.3.2 熔融电炉：最高加热温度不低于 1 200 $^{\circ}\text{C}$ 。

4.3.3 灰吹电炉：最高加热温度不低于 1 000 $^{\circ}\text{C}$ 。

4.3.4 试金坩埚：材质为耐火黏土。容积约为 300 mL 或保证放置试料深度不超过坩埚深度的四分之三。

4.3.5 镁砂灰皿：水泥（标号 425）、镁砂（ $\leq 0.18 \text{ mm}$ ）与水按质量比（5:85:10）搅拌均匀，在灰皿机上压制成型，有效容积不小于 5 mL，阴干 90 天后备用。

4.3.6 瓷坩埚：容积为 30 mL。

4.3.7 铸铁模。

4.3.8 电感耦合等离子体质谱仪，质量扫描范围 5 u~250 u。仪器经调谐后，凡符合下列指标者均可使用：

——分辨率：在 10% 峰高所对应的峰宽不超过 0.8 u；

——在涵盖待测元素的质量范围内，质量校正结果与真实值之差不超过 $\pm 0.1 \text{ u}$ 。

电感耦合等离子体质谱仪工作条件参数见附录 A。

4.4 样品

4.4.1 试样

4.4.1.1 试样粒度应不大于 0.074 mm。

4.4.1.2 试样在 100 °C~105 °C 烘 1 h 后，置于干燥器中，冷却至室温。

4.4.2 试料

称取试样 10 g~20 g，精确至 0.01 g。

4.5 试验步骤

4.5.1 空白试验

随同试料做空白试验。

4.5.2 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

4.5.3 测定

4.5.3.1 配料：根据试样的化学组分、还原力及称取试料质量，按下列方法计算试剂加入量。

碳酸钠（4.2.1）加入量：试料量的 1.5 倍~2.0 倍，不低于 30 g。

氧化铅（4.2.2）加入量按式（1）计算：

$$m_3 = m_0 F \times 1.1 + 30 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_3 ——氧化铅加入量，单位为克（g）；

m_0 ——试料的质量，单位为克（g）；

F ——试样的还原力，无量纲。

当还原力低时，氧化铅的加入量应不低于 80 g。

如试样中含铜较高时，氧化铅加入量除需要造 30 g 铅扣的氧化铅外，还应补加 30 倍~50 倍铜量的氧化铅。

二氧化硅（4.2.3）加入量：二氧化硅加入量为在熔融过程中生成的金属氧化物，以及加入的碱性溶剂，在 0.5 硅酸度~1.0 硅酸度时，所需的二氧化硅总量减去称取试料中含有的二氧化硅量之后的三分之二。

玻璃粉（4.2.4）加入量：按 1 g 二氧化硅（4.2.3）相当于 2.5 g 玻璃粉计算出玻璃粉加入量。

注：二氧化硅（4.2.3）和玻璃粉（4.2.4）可任选其一。

硼砂（4.2.5）加入量：按所需补加二氧化硅（4.2.3）量的三分之一，除以 0.39 计算。但不应低于 7 g。

硝酸钾（4.2.6）和面粉（4.2.7）的加入量按式（2）、式（3）计算：

当 $m_0 F \geq 30$ 时，

$$m_4 = \frac{m_0 \cdot F - 30}{4} \quad \dots\dots\dots (2)$$

当 $m_0 F < 30$ 时，

$$m_5 = \frac{30 - m_0 \cdot F}{12} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

m_4 ——硝酸钾加入量，单位为克（g）；

m_5 ——面粉加入量，单位为克（g）；

m_0 ——试料的质量，单位为克（g）；

F ——试样的还原力。

将试料（4.4.2）及上述配料置于试金坩埚（4.3.4）中，搅拌均匀后，覆盖约 10 mm 厚的覆盖剂（4.2.8）。

根据样品中金铂钯的预估含量，按照金铂钯总量与银不大于 1:3 的质量比，补加相当银量的银溶液（4.2.14），再覆盖约 10 mm 覆盖剂（4.2.8）。

4.5.3.2 熔融：将坩埚置于炉温为 800 °C 的熔融电炉（4.3.2）内，关闭炉门，升温至 930 °C，保温 15 min，再升温至 1 100 °C~1 200 °C，保温 10 min 后出炉。将坩埚平稳地转动数次，并在铁板上轻轻敲击坩埚外底部 2 下~3 下，使附着在坩埚壁上的铅珠下沉，然后将熔融物小心地全部倒入预热的铸铁模中。冷却后，把铅扣与熔渣分离，将铅扣锤成立方体并称量（应为 25 g~50 g）。

4.5.3.3 灰吹：将试金铅扣放入已在 950 °C 灰吹电炉（4.3.3）中预热 20 min 后的镁砂灰皿中，关闭炉门 1 min~2 min，待熔铅脱膜后，半开炉门，并控制温度 900 °C 灰吹，待出现闪光后，将灰皿移至炉门口放置 1 min，取出冷却。

4.5.3.4 合粒处理：用小镊子将合粒从灰皿中取出，刷去黏附杂质，置于 30 mL 瓷坩埚中，加入 10 mL 乙酸（4.2.13），置于低温电热板上，保持近沸，并蒸至约 5 mL，取下冷却，倾出液体，用热水洗涤 3 次，放在电炉上烘干水分后，取下冷却，将合粒在小钢砧上锤成 0.2 mm~0.3 mm 薄片。

4.5.3.5 将 4.5.3.4 中的合粒薄片置于 150 mL 烧杯中，加入 4 mL 硝酸（4.2.12），盖上表面皿，微沸加热，待合粒中银全部溶解后，加入 6 mL 盐酸（4.2.10），保持微沸加热至近干，取下，冷却至室温，加入 5 mL 混合酸（4.2.15），用水冲洗表面皿及杯壁，加热至微沸，待溶液冷却后以水定容至 100 mL 容量瓶中。

4.5.3.6 当试料中铂或钯含量大于 2 000 ng/g 时，吸取 5.00 mL 溶液至 100 mL 容量瓶中，并加入 5 mL 混合酸（4.2.14），用水稀释至刻度，摇匀待测。

4.5.3.7 标准曲线的绘制：分别吸取铂、钯标准混合溶液Ⅱ（4.2.18）0 mL、0.50 mL、1.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL，于一组 100 mL 容量瓶中，再加入 5 mL 混合酸（4.2.15），用水稀释至刻度，摇匀。此标准曲线溶液中铂量和钯量分别为 0 ng/mL、5.00 ng/mL、10.00 ng/mL、50.00 ng/mL、100.00 ng/mL、200.00 ng/mL。

4.5.3.8 试液测定：于电感耦合等离子体质谱仪上，用 1 ng/mL 的铍（Be）、钴（Co）、铟（In）、铈（Ce）、铀（U）的标准混合溶液进行仪器最佳化调节，使得灵敏度、氧化物干扰、双电荷干扰、分辨率等各项指数达到测定要求。

4.5.3.9 通过在线引入铟内标溶液Ⅱ（4.2.20）直接将内标溶液加入空白溶液、标准曲线溶液和样品溶液中，以标准空白和标准溶液建立标准曲线，被测元素的相对强度作为纵坐标、被测元素的质量浓度为横坐标，标准曲线线性相关系数 $r \geq 0.999$ 。

4.5.3.10 测量试液及随同空白中被测元素的强度，从标准曲线上确定被测元素的质量浓度。

4.6 试验数据处理

按式（4）计算铂、钯的质量分数：

$$w_i = \frac{(\rho_1 - \rho_2) \cdot V_1 \cdot V_3}{m_0 \cdot V_2} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

w_i ——铂、钯的质量分数，单位为纳克每克（ng/g）；

ρ_1 ——自标准曲线上查得试液铂、钯的质量浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

ρ_2 ——自标准曲线上查得空白试液铂、钯的质量浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

V_1 ——试液的总体积，单位为毫升（mL）；

V_3 ——分取试液稀释后的定容体积，单位为毫升（mL）；

m_0 ——试料的质量，单位为克（g）；

V_2 ——分取试液的体积，单位为毫升（mL）。

当 $w < 100 \text{ ng/g}$ ，计算结果表示至小数点后两位；当 $100 \text{ ng/g} \leq w < 1\,000 \text{ ng/g}$ ，计算结果表示至小数点后一位；当 $w \geq 1\,000 \text{ ng/g}$ ，计算结果表示至整数位。

4.7 精密度

4.7.1 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 1 数据采用线性内插法求得或外延法求得。

表 1 重复性限（方法 1）

单位为纳克每克

w_{Pt}	12.12	217.8	376.2	890.9	1 332	3 195	5 674	9 204
r	2.02	26.14	35.11	73.07	104.8	234.2	385.5	564.6
w_{Pd}	17.58	286.2	898.3	2 721	5 709	12 358	14 037	22 378
r	2.93	34.34	83.84	257.5	516.8	886.0	983.3	1 348

4.7.2 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 2 数据采用线性内插法求得或外延法求得。

表 2 再现性限（方法 1）

单位为纳克每克

w_{Pt}	12.12	217.8	376.2	890.9	1 332	3 195	5 674	9 204
R	3.03	39.21	52.67	109.6	157.3	351.3	578.3	847.3
w_{Pd}	17.58	286.2	898.3	2 721	5 709	12 358	14 037	22 378
R	4.395	51.52	125.7	386.3	775.2	1 329	1 475	2 023

4.8 试验报告

试验报告至少应给出以下内容：

- 试样本身必要的详细说明；
- 所使用的文件 GB/T 7739.15—202X；
- 所使用的方法；
- 试验结果及其表示；
- 与基本试验步骤的差异；
- 试验中观察到的异常现象；
- 试验日期。

5 方法 2：镍铈试金富集-电感耦合等离子体质谱法

5.1 原理

试料经配料、熔融，以镍铈来捕集试料中的铂族元素，形成含有铂族元素的镍铈扣，镍铈扣经水化分解后，用盐酸溶解分离镍基体，沉淀连同滤膜低温消解，电感耦合等离子体质谱仪（ICP-MS）测定铂族元素量。

5.2 试剂或材料

除非另有说明，在试验中应仅使用确认为分析纯的试剂和二次蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

5.2.1 碳酸钠：粉状。

5.2.2 硼砂：粉状。

5.2.3 碱式碳酸镍 $[\text{NiCO}_3 \cdot 2\text{Ni}(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ ：粉状，优级纯，使用前先进行铂族元素含量空白试验。

5.2.4 升华硫： $w_s > 99.0\%$ ，粉状。

5.2.5 硫化亚铁：粉状。

5.2.6 二氧化硅：粉状。

5.2.7 面粉。

5.2.8 覆盖剂（1+2）：硼砂（5.2.2）与碳酸钠（5.2.1）质量比 1：2，混匀。

5.2.9 盐酸： $\rho = 1.19 \text{ g/mL}$ ，优级纯。

5.2.10 硝酸： $\rho = 1.42 \text{ g/mL}$ ，优级纯。

5.2.11 盐酸：（1+9），由盐酸（5.2.9）与水按照体积比 1：9 混合制得。

5.2.12 混合酸：由盐酸（5.2.9）和硝酸（5.2.10）按照体积比 3：1 混匀制得，现用现配。

5.2.13 共沉淀剂：称取 1.0 g 亚硒酸钠和 0.5 g 亚碲酸钠，溶于 1 000 mL 的 3 mol/L 盐酸中。

5.2.14 铂、钯、铑、铱、钇、铟标准溶液： $\rho = 1\,000 \text{ }\mu\text{g/mL}$ ，市售有证标准物质单元素标准溶液。

5.2.15 铂、钯、铑、铱、钇标准混合溶液I：分别取上述单元素的铂、钯、铑、铱、钇标准溶液（5.2.14）各 1.00 mL 于 100 mL 容量瓶中，加 5 mL 混合酸（5.2.12），用水稀释至刻度，混匀。

注：溶液 1 mL 含 10 μg 铂、钯、铑、铱、钇。

5.2.16 铂、钯、铑、铱、钇标准混合溶液II：取上述铂、钯、铑、铱、钇标准混合溶液I（5.2.15）10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中，加 5 mL 混合酸（5.2.12），用水稀释至刻度，混匀。

注：溶液 1 mL 含 1 μg 铂、钯、铑、铱、钇。

5.2.17 铟内标溶液I：移取 1.00 mL 铟标准溶液（5.2.14）于 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 混合酸（5.2.12），用水稀释至刻度，混匀。

注：此溶液 1 mL 含 1 μg 铟。

5.2.18 铟内标溶液II：移取 2.50 mL 铟内标溶液I（5.2.18）于 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 混合酸（5.2.12），用水稀释至刻度，混匀。

注：此溶液 1 mL 含 25 ng 铟。

5.2.19 滤膜：混合纤维微孔滤膜，孔径 0.45 μm 。

5.3 仪器设备

5.3.1 天平：感量不大于 0.01 g。

5.3.2 熔融电炉：最高加热温度不低于 1 200 $^{\circ}\text{C}$ 。

5.3.3 试金坩埚：材质为耐火黏土，容积为 300 mL 左右。

5.3.4 铸铁模。

5.3.5 电感耦合等离子体质谱仪，质量扫描范围 5 u~250 u。仪器经调谐后，凡符合下列指标者均可使用：

——分辨率：在 10% 峰高所对应的峰宽不超过 0.8 u；

——在涵盖待测元素的质量范围内，质量校正结果与真实值之差不超过 ± 0.1 u。

电感耦合等离子体质谱仪工作条件参数见附录 A。

5.4 样品

5.4.1 试样

5.4.1.1 试样粒度应不大于 0.074 mm。

5.4.1.2 试样在 100 °C~105 °C 烘 1 h 后，置于干燥器中冷至室温。

5.4.2 试料

称取试样 10.0 g~20.0 g，精确至 0.01 g。

5.5 试验步骤

5.5.1 空白试验

随同试料进行不少于 2 份空白试验，空白试验与样品试验平行进行。

5.5.2 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

5.5.3 测定

5.5.3.1 根据试样的化学组分、硫含量及称取试料质量，按下列方法计算试剂加入量：

碳酸钠（5.2.1）加入量：取样量的 2 倍~3 倍，不少于 30 g；

硼砂（5.2.2）加入量：根据取样量，加入 7 g~15 g；

碱式碳酸镍（5.2.3）加入量：根据取样量，加入 10 g~20 g；

升华硫（5.2.4）加入量：根据样品还原力，加入 0 g~2.0 g；

硫化亚铁（5.2.5）加入量：根据样品硫含量，加入 0 g~7.0 g；

二氧化硅（5.2.6）加入量：根据样品二氧化硅含量，控制硅酸度在 2 左右；

面粉（5.2.7）加入量：根据样品还原力，加入 0 g~2.0 g。

注：未知试料分析前，进行半定量分析，了解试料主要组成，以利于试金熔剂的配比。

将试料及上述配料置于试金坩埚（5.3.3）中，搅拌均匀后，覆盖约 10 mm 厚的覆盖剂（5.2.8）。

5.5.3.2 将坩埚置于 950 °C 的熔融电炉（5.3.2）中，缓慢升温至 1 100 °C，保温 10 min（总计熔融时间为 70 min 左右）出炉。将熔融物倒入已预热过的铸铁模中。冷却，取出镍铈扣。

5.5.3.3 将 5.5.3.2 中的镍铈扣转移至 250 mL 烧杯中，加入 100 mL 水，水化至镍铈扣完全粉碎，加入 100 mL 盐酸（5.2.9），低温加热至样品完全消解无气泡产生，加入 5 mL 共沉淀剂（5.2.13），低温加热 40 min。

5.5.3.4 用滤膜（5.2.19）负压抽滤，用盐酸（5.2.11）及水反复冲洗沉淀及烧杯 6 次~8 次。将沉淀连同滤膜一并转入原烧杯中，加入 10 mL 混合酸（5.2.12），加入 10 mL 水，置于加热电炉上，低温加热 3 h~4 h，直至沉淀消解完全。

5.5.3.5 冷却后移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，备上机测定。当试料中铂族元素含

量大于 2 000 ng/g 时, 吸取 5 mL 溶液至 100 mL 容量瓶中, 并加入 5 mL 混合酸 (5.2.12), 用水定容至刻度, 摇匀待测。

5.5.3.6 标准曲线的绘制: 移取铂、钯、铟、铈、钕标准混合溶液Ⅱ (5.2.16) 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL, 于一组 100 mL 容量瓶中, 加入 5 mL 混合酸 (5.2.12), 用水稀释至刻度, 摇匀。此标准曲线溶液中铂、钯、铟、铈、钕量分别为 0.00 ng/mL、5.00 ng/mL、10.00 ng/mL、50.00 ng/mL、100.00 ng/mL、200.00 ng/mL。

5.5.3.7 试液测定: 于电感耦合等离子体质谱仪上, 用 1 ng/mL 的铍 (Be)、钴 (Co)、铟 (In)、铈 (Ce)、铀 (U) 的标准混合溶液进行仪器最佳化调节, 使得灵敏度、氧化物干扰、双电荷干扰、分辨率等各项指数达到测定要求。

5.5.3.8 通过在线引入铟内标溶液 (5.2.18) 或直接将内标溶液加入空白溶液、标准曲线溶液和样品溶液中, 以标准空白和标准溶液建立标准曲线, 被测元素的相对强度作为纵坐标、被测元素的质量浓度为横坐标, 标准曲线线性相关系数 $r \geq 0.999$ 。

5.5.3.9 测量试液及随同空白中被测元素的强度, 从标准曲线上确定被测元素的质量浓度。

5.6 试验数据处理

按式 (5) 计算铂、钯、铟、铈、钕的质量分数:

$$w_i = \frac{(\rho_3 - \rho_4) \cdot V_4 \cdot V_6}{m_1 \cdot V_5} \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- w_i ——铂、钯、铟、铈、钕的质量分数, 单位为纳克每克 (ng/g);
- ρ_3 ——自标准曲线上查得试液铂、钯、铟、铈、钕的质量浓度, 单位为纳克每毫升 (ng/mL);
- ρ_4 ——自标准曲线上查得空白试液铂、钯、铟、铈、钕的质量浓度, 单位为纳克每毫升 (ng/mL);
- V_4 ——试液的总体积, 单位为毫升 (mL);
- V_6 ——分取试液稀释后的定容体积, 单位为毫升 (mL);
- m_1 ——试料的质量, 单位为克 (g);
- V_5 ——分取试液的体积, 单位为毫升 (mL)。

当 $w < 100$ ng/g, 计算结果表示至小数点后两位; 当 100 ng/g $\leq w < 1\,000$ ng/g, 计算结果表示至小数点后一位; 当 $w \geq 1\,000$ ng/g, 计算结果表示至整数位。

5.7 精密度

5.7.1 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 3 数据采用线性内插法求得或外延法求得。

表 3 重复性限 (方法 2)

单位为纳克每克

w_{Pt}	10.67	201.8	995.8	2 483	5 009	10 035
r	2.14	32.27	114.8	278.8	487.4	754.1
w_{Pd}	9.81	198.4	998.9	2 480	4 959	10 029
r	1.96	31.71	119.0	272.4	475.1	704.4

表3 重复性限（方法2）（续）

单位为纳克每克

w_{Rh}	10.39	197.3	1 006	2 475	4 975	10 072
r	2.08	32.59	109.1	280.3	494.8	802.5
w_{Ir}	9.62	201.5	977.3	2 473	4 999	10 048
r	1.93	33.71	114.3	285.7	496.4	717.3
w_{Ru}	9.66	198.9	969.8	2 469	4 965	9 941
r	1.93	31.37	116.4	284.8	496.7	788.2

5.7.2 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4数据采用线性内插法求得或外延法求得。

表4 再现性限（方法2）

单位为纳克每克

w_{Pt}	10.67	201.8	995.8	2 483	5 009	10 035
R	3.21	48.41	172.3	418.2	731.2	1 131
w_{Pd}	9.81	198.4	998.9	2 480	4 959	10 029
R	2.94	47.56	178.6	408.6	712.6	1 056
w_{Rh}	10.39	197.3	1 006	2 475	4 975	10 072
R	3.12	48.89	163.6	420.5	742.3	1 203
w_{Ir}	9.62	201.5	977.3	2 473	4 999	10 048
R	2.89	50.56	171.5	428.6	744.6	1 076
w_{Ru}	9.66	198.9	969.8	2 469	4 965	9 941
R	2.90	47.06	174.6	427.2	745.1	1 182

5.8 试验报告

试验报告至少应给出以下内容：

- 试样本身必要的详细说明；
- 所使用的文件GB/T 7739.15—202X；
- 所使用的方法；
- 试验结果及其表示；
- 与基本试验步骤的差异；
- 试验中观察到的异常现象；
- 试验日期。

附 录 A
(资料性)
仪器工作条件

以某电感耦合等离子体质谱仪为例，测定铂、钯、铑、铱、钕含量的仪器工作条件见表 A.1。

表 A.1 仪器工作条件

工作参数	设定值	工作参数	设定值
功率	1 250 W	进样泵速	30 r/min
冷却气 (Ar) 流量	13.0 L/min	扫描方式	跳峰
辅助气 (Ar) 流量	1.0 L/min	测量时间	60 s
雾化器流速 (Ar)	0.9 L/min	截取锥	0.7 mm
采样深度	150 mm	每点停留时间	10 ms