

标准制修订编制说明

(征求意见稿)

文件名称：金精矿化学分析方法 第 15 部分：铂族
元素量的测定

文件编号：GB/T 7739.15—202×

文件类别：国家标准

制定或修订：制定

计划号：20231309-T-469

起止时间：2023 年 11 月—2025 年 5 月

牵头单位：长春黄金研究院有限公司

一、工作简况

1.1 任务来源及分工

2023年12月1日，国家标准化管理委员会下达2023年第三批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划（国标委发〔2023〕58号），由长春黄金研究院有限公司牵头《金精矿化学分析方法 第15部分：铂族元素的测定 镍钨试金-电感耦合等离子体质谱法》推荐性国家标准的制定工作，计划号为20231309-T-469，技术归口全国黄金标准化技术委员会。

全国黄金标准化技术委员会组织长春黄金研究院有限公司牵头成立了标准项目起草工作组，工作组对项目工作进行计划安排。起草单位、主要起草人及主要工作见表。

表1 任务安排

项目	单位名称	主要起草人	主要工作
牵头单位	长春黄金研究院有限公司		负责标准验证单位的协调、标准方案的确定，与标委会的沟通
			负责试验方案的设计、文本的编写、审核
			负责试验工作、报告编写、数理统计、标准文本的起草
第一验证单位	金川集团股份有限公司		负责标准第一验证工作、一验报告的编写
第二验证单位	国投金城冶金有限责任公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、山东金创金银冶炼有限公司、山东黄金冶炼有限公司、云南黄金矿业集团贵金属检测有限公司		负责精密度试验的验证工作、提交试验报告及精密度结果

1.2 工作过程

1.2.1 起草阶段

1.2.1.1 国内外相关标准、文献资料的查阅

2024年6月，工作组检索和收集国内外相关标准和文献资料，并进行了整理分析，确定本标准的制定方案。

1.2.1.2 前期试验工作

2024年7月~8月，工作组开展了相关试验的探索，包括根据调研结果及试验方案，制备了试验样品，进行了方法的条件试验、精密度及准确度试验等大量的试验研究。基于以上工作，工作组完成部分方法探索试验，形成了试验方案和标准草案。

1.2.1.3 方法验证与数理统计

2024年9月，组织了11家有资质的实验室进行方法一验二验工作，于2024年11月收回了全部的验证报告，在此基础上进行了数据的汇总和分析整理工作。

1.2.1.4 会议初审

2024年11月12日，在TC 379于湖南省长沙市组织召开的2024标准审查会上对本标准进行了初审。会议审查组听取了工作组关于标准制定背景、标准起草过程及标准研究等主要内容的说明，并进行质询。审查组本着科学求实、认真负责的原则，对标准初稿的各项内容进行了细致地审查和充分地讨论，并提出修改意见。

会后，工作组按照审查会提出的修改意见对初稿进行修改完善，并于 2025 年 2 月 15 日，向 TC379 秘书处提交标准征求意见稿和编制说明材料。

1.2.2 征求意见阶段

2025 年 2 月 20 日，标准征求意见稿及其编制说明通过黄金标委会秘书处审核，2 月 25 日~4 月 25 日，全国黄金标准化技术委员会对标准公开进行意见征求。

二、标准编制原则和主要内容

2.1 标准编制原则

本标准按照 GB/T 1.1—2020 和 GB/T 20001.4—2015 的规定起草，本标准制定过程遵循以下基本原则。

1) 本标准的编制既参考国外最新和应用最广的技术方法，又考虑国内现有检测机构的检测能力和实际情况，方法的检出限和测定范围满足黄金行业对铂族元素测定的工作要求。

2) 制定的方法准确可靠，标准的制定过程中一切结论的获得均有充分的科学论据给予支持。

3) 方法具有一定普遍适用性，所用试剂价格合理，相关仪器设备国内运用较广泛，验证仪器覆盖市面上主流仪器设备，易于推广使用。

2.2 标准制定的主要内容

近年来在实际检测工作过程中，也发现了部分金精矿中含有可回收的铂族元素，同时近几年金精矿的交易过程中部分交易客户有测定铂族含量的需求，但目前无金精矿中测定铂族元素的相关标准，急需制定，以实现为行业企业贸易有价元素计量、贵金属回收平衡计算提供依据和技术支持，对整个黄金行业资源综合利用提供技术支撑。

2.3 方法研究报告

2.3.1 方法研究的目标

通过本标准的制定，使标准方法的各种条件、精密度、准确度等满足黄金行业对铂族元素的测定要求。

2.3.2 方法原理

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，试料与火试金熔剂混合，经高温熔融后得到含铂、钯的铅扣，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，在混合酸介质中于电感耦合等离子体质谱测定铂、钯的强度值，按工作曲线法计算铂、钯量。

方法 2 镍铈试金-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，钌 10.00 ng/g~10 000.00 ng/g，试料经配料、高温熔融，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，经负压抽滤后，沉淀连同滤膜低温消解，ICP-MS 测定铂族元素量。

2.3.3 试验情况与结论

2.3.3.1 铅试金富集-电感耦合等离子体质谱法

试料与火试金熔剂混合，经高温熔融后得到含铂、钯的铅扣，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，在混合酸介质中于电感耦合等离子体质谱测定铂、钯的强度值，按工作曲线法计算铂、钯量。

2.3.3.1.1 控温程序的考察

由于铂钯本身的性质较特殊，整个反应过程中，控温程序对造渣效果以及铂钯结果的准确度产生影响，因此，控温程序是至关重要的，选择 7#样品进行试验，结果见下表。设计三种控温程序（1*、2*、3*、4*）：

1*：800 °C 经过 20 min 升至 930 °C，在 930 °C 保温 15 min，再由 930 °C 经 30 min 升至 1200 °C，保温 5 min~10 min，出炉。

2*：800 °C 经过 20 min 升至 930 °C，在 930 °C 保温 15 min，再由 930 °C 经 30 min 升至 1150 °C，保温 5 min~10 min，出炉。

3*：800 °C 经 35 min~40 min 匀速升温至 1150 °C，保温 5 min~10 min，出炉。

4*：800 °C 经 35 min~40 min 匀速升温至 1200 °C，保温 5 min~10 min，出炉。

表 2 控温程序的考察

控温程序	Pt (ng/g)						Pd (ng/g)					
	1	2	3	4	平均值 (ng/g)	RSD (%)	1	2	3	4	平均值 (ng/g)	RSD (%)
1*	377.8	370.7	368.7	372.5	372.4	1.05	879.5	888.9	868.7	880.0	879.3	0.94
2*	370.1	362.5	378.0	370.5	370.3	1.70	893.1	889.9	879.7	891.6	888.6	0.68
3*	360.1	360.5	370.2	382.4	368.3	2.85	864.1	869.6	891.9	891.6	879.3	1.65
4*	370.6	390.5	365.6	370.2	374.2	2.96	880.2	908.0	867.6	850.1	876.5	2.78

从表中数据可以看出 7#样品在四种控温程序下，得到的结果平均值无显著性差异，但 3*和 4*控温程序得到结果的精密度相对差一些，1*和 2*控温程序得到结果的精密度相对较好，2*控温程序铂 1*控温程序的最高温度低，说明样品在 1150 °C 就可以达到较好的熔融效果，因此选择 2*控温程序为宜。综上所述，铅试金富集金精矿中铂钯时宜采用 2*控温程序。

2.3.3.1.2 配料方式的考察

铅试金富集金银过程中，配料方式非常关键，根据样品性质的不同，需对配料方式进行调整，以保障得到熔点低、流动性好、硅酸度适合的熔融体系，选择 7#样品进行试验。

不同配料方式测定金精矿中铂钯含量得到的结果见下表。

表 3 配料方式的考察 (Pt)

碳酸钠 (g)	硼砂(g)	二氧化硅 (g)	氧化铅 (g)	Pt (ng/g)					
				结果 1	结果 2	结果 3	结果 4	平均值	RSD/%
40	10	12	60	380.6	345.5	365.6	372.2	366.0	4.09
		12	80	359.6	384.9	359.71	372.7	369.2	3.28
		12	100	370.1	362.5	378.0	370.5	370.3	1.70
		12	120	363.1	374.2	368.1	367.4	368.2	1.24
40	10	7	100	353.1	374.2	368.1	371.4	366.7	2.56

		10		363.6	361.9	379.7	372.1	369.3	2.23
		12		370.1	362.5	378.0	370.5	370.3	1.70
		14		363.1	364.2	368.3	377.4	368.2	1.76

表 4 配料方式的考察 (Pd)

碳酸钠 (g)	硼砂 (g)	二氧化硅 (g)	氧化铅 (g)	Pd (ng/g)					
				结果 1	结果 2	结果 3	结果 4	平均值	RSD/%
40	10	12	60	855.3	897.1	869.3	839.7	865.4	2.82
		12	80	871.2	901.2	870.3	901.1	886.0	1.98
		12	100	893.1	889.9	879.7	891.6	888.6	0.68
		12	120	875.1	864.8	868.4	881.5	872.5	0.85
40	10	7	100	865.3	887.6	879.8	879.7	878.1	1.06
		10		885.5	874.8	878.6	891.6	882.6	0.84
		12		893.1	889.9	879.7	891.6	888.6	0.68
		14		871.2	891.9	870.3	901.8	883.8	1.77

从表中数据可以看出，试剂加入量对结果的影响无显著性差异，但是从结果精密度和出炉倾倒液体的流动性以及冷却后熔渣的酸碱性质可以看出，高硫样品氧化铅加入量不低于 100 g、二氧化硅加入量不低于 12 g，碳酸钠的加入量应为称样量的 2.5~3.0 倍。低硫的样品氧化铅加入量可以适当减少，二氧化硅也相应的减少。成分复杂样品氧化铅加入量可以适当增加，二氧化硅加入量也相应增加。

综上所述，针对金精矿中铂钯的测定来说，配料时，应根据样品的性质，调整氧化铅和二氧化硅的加入量。

2.3.3.1.3 称样量的考察

金精矿中铂钯含量较低，称样量过少结果测定误差较大，称样量过多又会造成熔融富集效果不好，所以称样量对结果的准确性十分重

要，选择 7#样品进行试验，结果见下表。

表 5 称样量的考察

称样量 (g)	Pt (ng/g)						Pd (ng/g)					
	1	2	3	4	平均值 (ng/g)	RSD (%)	1	2	3	4	平均值 (ng/g)	RSD (%)
5	357.8	390.7	408.7	372.5	382.4	5.78	879.8	908.9	868.1	840.0	874.2	3.26
10	370.1	362.5	378.0	370.5	370.3	1.70	893.1	889.9	879.7	891.6	888.6	0.68
15	370.6	360.5	370.2	382.4	370.9	2.41	884.1	869.1	891.3	871.6	879.0	1.19
20	370.6	380.6	368.6	370.1	372.5	1.47	870.2	908.4	877.6	850.5	876.7	2.74
25	357.8	370.2	388.7	372.5	372.3	3.41	879.3	908.9	858.5	840.0	871.7	3.39

从表中数据可以看出，7#样品取样量在 5 g~25 g 时，结果比较接近，但取 5 g 样品时，由于称样量小，出现结果精密度不好的现象。称样量在 10 g~20 g 时，结果精密度较好，当称样量为 25 g 时，造渣效果不好，且结果的精密度出现不好现象，这是由于硫含量较高，称样量过大导致熔融体积较大不利于富集，而且搅拌不够充分，精密度较差。综上所述，针对铅试金富集铂钯的取样量应控制在 10 g~20 g。

2.3.3.1.4 补银量的考察

熔融过程中铅会将铂钯等贵金属富集于铅扣中，富集了铂钯的铅扣，在灰吹阶段末期，灰皿中只剩下铂钯等贵金属合粒，若合粒中银含量较少可能会造成铂钯损失于灰皿，但合粒中银含量过多对后端铂钯的测定产生干扰，所以需要确定银的补加量，选择 2#样品进行试验，结果见下表。

表 6 补银量的考察

补银量 (mg)	Pt (ng/g)						Pd (ng/g)					
	1	2	3	4	平均值 (ng/g)	RSD (%)	1	2	3	4	平均值 (ng/g)	RSD (%)
1	218.2	218.8	219.9	221.5	219.6	0.66	284.3	278.8	281.6	286.6	282.8	1.19
5	218.7	223.2	223.0	222.0	221.7	0.94	287.8	288.2	285.4	288.7	287.5	0.51
10	222.0	216.8	218.2	218.8	219.0	1.00	284.1	289.1	281.3	281.6	284.0	1.27
20	213.9	223.0	222.0	219.1	219.5	1.86	288.7	288.2	284.3	278.8	285.0	1.61
30	217.5	223.1	219.1	226.0	221.4	1.74	279.3	288.9	288.5	290.0	286.7	1.72

从表中数据可以看出，补加不同质量的纯银，结果的精密度和准确度差异性不大，说明补加纯银质量对结果影响不大，但为了保证贵金属合粒能够溶解，补加纯银质量应为金铂钯总质量的 3 倍以上。

2.3.3.1.5 灰吹温度的考察

灰吹温度高，排杂能力强，铅被氧化吸收的速度快，铅扣中的铂钯灰吹损失的概率也越大。如果灰吹温度低，灰吹排杂能力弱，灰吹时间变长，影响后续测定。因此，灰吹温度对结果的准确性和稳定性有影响。考察灰吹温度为 860 °C、890 °C、910 °C、950 °C 时，测定铂钯结果的准确性和稳定性，选择 7# 样品进行试验，结果见下表。

表 7 灰吹温度的考察

温度 (°C)	Pt (ng/g)						Pd (ng/g)					
	1	2	3	4	平均值 (ng/g)	RSD (%)	1	2	3	4	平均值 (ng/g)	RSD (%)
860	377.8	380.7	378.7	372.5	377.4	0.93	879.8	888.9	898.1	870.0	884.2	1.36
890	370.1	362.5	378.0	370.5	370.3	1.70	893.1	889.9	879.7	891.6	888.6	0.68
910	370.9	370.5	369.2	382.5	373.3	1.66	884.0	879.1	881.1	870.9	878.8	0.64
950	373.2	378.5	368.6	370.9	372.8	1.14	872.2	898.4	870.0	870.5	877.8	1.57

从表中数据可以看出，随着灰吹温度的升高，铂钯的测定结果差异性不大，从节约能源角度考虑，在保证铅扣不冻结的情况下，可以

采用低温进行灰吹。

2.3.3.1.6 铅扣质量的考察

铅扣过小，对铂钯银捕集效果差，造成结果偏低；铅扣过大，体系排杂能力较弱，会增加铅扣中的杂质含量，也会增加灰吹时间，灰吹时间可能会增加贵金属的损失。所以，要调整为大小合适的铅扣尤为重要，选择 7#样品进行试验，结果见下表。

表 8 铅扣质量的考察

铅扣质量 (g)	Pt (ng/g)						Pd (ng/g)					
	1	2	3	4	平均值 (ng/g)	RSD (%)	1	2	3	4	平均值 (ng/g)	RSD (%)
20	343.3	330.8	347.6	339.9	340.4	2.10	817.5	797.2	844.3	840.0	824.8	2.64
25	350.1	345.5	358.0	370.1	355.9	3.02	839.1	852.7	860.7	851.9	851.1	1.05
30	371.6	361.5	371.6	380.3	371.3	2.07	885.1	868.1	892.3	873.9	879.9	1.24
40	370.1	362.5	378.0	370.5	370.3	1.70	893.1	889.9	879.7	891.6	888.6	0.68
50	377.8	370.2	378.7	372.5	374.8	1.10	879.3	888.9	878.5	870.0	879.2	0.88

从表中数据可以看出，当前扣质量小于 30 g 时，由于铅对铂钯的捕集不完全，出现结果偏低的现象，当铅扣质量大于 30 g 时，铂钯的测定结果无显著性差异，且精密度较好，但铅扣太大会导致灰吹时间长，所以铅扣质量不宜大于 50 g。综上所述，铅扣的质量在 30 g~50 g 为宜。

2.3.3.1.7 二次试金的影响

一次试金对铂钯的捕集未必完全，所以对熔渣进行二次试金，考察熔渣中铂钯的残留量，选取 3# (Pt: 873.8、Pd: 2691.4)、4# (Pt: 12372.0、Pd: 12372.0)、6# (Pt: 9195.3、Pd: 22265.6) 样品的

熔渣进行二次试金，结果见下表。

表 9 补二次试金的考察

熔渣	Pt (ng/g)						Pd (ng/g)					
	1	2	3	4	平均值 (ng/g)	RSD (%)	1	2	3	4	平均值 (ng/g)	RSD (%)
3#	17.27	15.48	21.20	25.89	19.96	23.14	51.41	44.41	57.76	70.38	55.99	19.71
4#	4.55	8.09	8.78	4.26	6.42	36.55	22.37	35.28	22.76	46.53	31.74	36.37
6#	1.06	1.35	0.51	0.29	0.80	60.80	5.30	3.98	4.51	6.11	4.98	18.71

从表中数据可以看出，高品位样品渣中的残留的多，低品位样品残留的少，但渣中残留量相当于样品品位以及仪器测定波动性来讲，对结果的影响比较小，综合考虑，不对熔渣进行二次试金。

2.3.3.1.8 溶解酸度试验

加酸量的多少直接影响消解的效果，同时过多的酸也会对测试造成干扰。方法采用先加入硝酸（1+1），后加入盐酸的方式消解，近似构成王水体系，考察加酸量对结果的影响，选择 7#样品进行试验，结果见下表。

表 10 不同加酸量测定结果 ($n=4$)

硝酸 (1+1)+ 盐酸 mL	Pt (ng/g)						Pd (ng/g)					
	1	2	3	4	平均值 (ng/g)	RSD (%)	1	2	3	4	平均值 (ng/g)	RSD (%)
1+2	353.1	354.2	368.1	361.4	359.2	1.94	865.3	897.6	859.8	839.7	865.6	2.77
2+3	357.6	375.9	369.7	372.1	368.8	2.14	865.5	874.9	878.6	871.6	872.7	0.64
3+5	366.9	369.1	385.3	352.5	368.5	3.65	863.2	893.5	883.0	867.6	876.8	1.60
4+6	366.8	359.5	369.2	371.3	366.7	1.40	894.9	882.6	871.9	886.6	884.0	1.08
5+8	368.6	360.5	383.6	370.2	370.7	2.58	871.2	911.9	860.3	901.8	886.3	2.76
浓酸	262.5	242.6	281.3	230.3	254.2	8.82	905.3	880.4	846.9	847.8	870.1	3.24

从表中数据溶解情况和测定结果来看，加酸量为 2+3 及以上浓度

均能较好的将合粒溶解，浓硝酸反应剧烈、合粒碎且结果低，但考虑酸量的增加会导致 ICP-MS 测定干扰的增加，所以综合考虑选择硝酸 (1+1) 加入 4mL、盐酸 6mL。

2.3.3.1.9 溶解温度试验

选取不同温度作为考察条件，考察溶解温度对结果的影响，选择 7#样品进行试验，结果见下表。

表 11 不同温度测定结果 ($n=4$)

温度 (°C)	Pt (ng/g)						Pd (ng/g)					
	1	2	3	4	平均值 (ng/g)	RSD (%)	1	2	3	4	平均值 (ng/g)	RSD (%)
100	378.8	369.5	369.6	371.8	372.4	1.18	880.5	887.9	867.6	881.1	879.3	0.96
150	373.8	365.3	384.6	370.1	373.5	2.20	896.3	889.5	872.3	897.6	888.9	1.31
180	367.2	361.5	371.2	373.3	368.3	1.41	874.9	869.6	881.9	891.7	879.5	1.09
220	370.6	412.5	395.6	372.2	387.7	5.18	860.2	908.9	847.6	850.6	866.8	3.29

从表中数据以及溶解情况可以看出，随着温度的逐渐升高，消解样品速度越来越快，但温度太高导致酸蒸发的太快可能存在样品消解不好的情况，上述数据无显著性差异，综合考虑选择 150°C 为溶样温度。

2.3.3.1.10 ICP-MS 分析内标的选择

内标法是 ICP-MS 不可或缺的检测手段，能够有效的矫正仪器的波动情况。使用的原则一般为待测溶液中无该内标元素、与待测元素质量数相近、回收率满足要求，故制备含有 100ppb 铂、钯元素的标准溶液，用 100 ppb 的内标 Re、Tl、Lu、Y、In、Cs、Sc、溶液进行内标补偿测定，选出合适的内标溶液，结果见下表。

表 12 内标元素的选择

内标元素	质量数	回收率/%			
		1	2	3	平均值
Re	186	97.65	97.7	98.45	97.93
Tl	204	128.95	129.85	128.58	129.13
Lu	175	76.36	78.36	75.63	76.78
Y	89	94.12	90.65	90.12	91.63
In	115	101.6	99.46	98.23	99.76
Cs	133	99.68	92.9	98.95	97.18
Sc	45	99.56	98.76	99.78	99.37

从表中数据中可以看出，Re、In、Cs、Sc 作为内标元素的加标回收率满足要求，本方法选择 In 作为内标元素，内标的加入可以以在线内标和实际样品中加入两种方式实现。

2.3.3.1.11 检出限

测定 11 次试剂空白溶液，计算标准偏差，以 3 倍的标准偏差为检出限，计算得出检出限，其中 Pt 检出限为 0.015 ng/g，Pd 的检出限 0.023 ng/g 为能满足方法中的最低浓度要求。

2.3.3.1.12 干扰试验

根据金精矿中各元素的干扰，按本方法进行干扰元素的考察，分别向 7#试样中加入 Cu、Pb、Zn、As、Sb、Bi、Si、Fe、Ni、Mn、Sb 等干扰元素，按照最大加标量加入 10 mg，结果如下表所示。

表 13 混合离子干扰试验测定结果

干扰元素	回收率/%					
	1	2	3	4	5	6
Au、Ag、Cu、Pb、Zn、As、Sb、Si、Fe、Ni、Mn	99.18	99.81	97.22	98.29	97.07	96.64
Bi	95.68	95.15	96.32	98.46	99.25	96.45

从表中数据可以看出，上述干扰元素加入量的条件下，回收率均在 90%~110% 范围内，共存离子对铂族元素的干扰小，满足方法要求，均可以不予考虑。

2.3.3.1.13 精密度试验

选取 1#~8# 试料，按照本方法步骤进行测定，其分析结果如下表所示。

表 14 精密度试验

元素	样品 序号	测定结果/ (ng/g)											平均值 (ng/g)	RSD (%)
Pt	1#	12.30	12.24	12.22	12.21	12.35	11.67	11.95	12.46	12.33	11.97	12.12	12.17	1.85
	2#	226.4	218.7	223.2	223.0	222.0	216.8	218.2	218.8	219.9	221.5	215.8	220.4	1.43
	3#	880.8	873.4	864.7	864.8	883.1	855.8	870.6	860.6	879.8	893.6	885.1	873.8	1.34
	4#	3200.0	3273.2	3209.7	3193.2	3186.5	3189.7	3256.3	3248.4	3258.9	3232.7	3201.5	3222.7	0.99
	5#	5727.8	5677.3	5790.4	5655.9	5787.7	5763.3	5737.6	5712.8	5779.2	5767.6	5703.8	5736.7	0.79
	6#	9184.8	9185.0	9230.6	9184.1	9154.6	9222.6	9081.7	9152.7	9347.5	9280.9	9123.8	9195.3	0.80
	7#	372.5	355.2	356.3	356.2	364.1	365.8	361.5	368.6	367.0	365.5	368.2	363.7	1.58
	8#	1290.5	1272.6	1276.2	1313.1	1282.2	1271.6	1204.7	1290.6	1321.9	1317.3	1274.8	1283.2	2.49
Pd	1#	17.22	16.69	17.56	17.26	17.47	17.57	16.94	16.97	16.81	17.21	17.32	17.18	1.73
	2#	287.8	288.2	285.4	288.7	288.7	288.2	284.3	278.8	281.6	286.6	281.6	285.4	1.20
	3#	2698.2	2658.5	2725.2	2658.6	2750.6	2690.8	2690.6	2639.6	2678.5	2683.2	2731.3	2691.4	1.25
	4#	12544.7	12292.0	12473.4	12215.7	12374.3	12387.8	12261.3	12220.6	12242.5	12375.4	12704.2	12372.0	1.24
	5#	14217.4	14217.4	14297.1	14327.4	14264.8	13576.1	13856.5	14269.6	13719.3	13643.3	14172.2	14051.0	2.06
	6#	22276.5	22307.3	22307.3	21833.1	22224.5	22918.3	21647.1	22577.5	22561.1	22326.5	21942.2	22265.6	1.62
	7#	886.8	866.9	850.8	877.8	891.5	897.3	896.3	873.8	889.2	860.6	869.6	878.2	1.74
	8#	5652.0	5607.7	5704.1	5521.2	5663.3	5637.1	5709.9	5663.1	5663.2	5664.2	5540.2	5638.7	1.07

从表中数据可以看出，测定结果的标准偏差均小于 5%，方法精

密度满足要求。

2.3.3.1.14 准确度试验

选取 GBW07293、GBW07292 国家标准物质，按照试验的最佳条件，测定结果见下表。

表 15 准确度结果 ($t=4$)

序号	编号	元素	测定结果 (ng/g)				平均值	标准偏差	标准值及不确定度
1	GBW07293	Pt	430.2	412.8	428.5	436.2	426.9	2.34	440±37
		Pd	592.6	575.3	592.8	586.8	586.9	1.40	568±51
2	GBW07292	Pt	18.88	21.22	19.38	20.65	20.0	5.43	20±4
		Pd	12.75	11.92	12.58	12.38	12.4	2.89	11.3±1.5

从表中数据可以看出，测定结果与标准值的偏差均小于不确定度的要求，方法准确度满足要求。

2.3.3.2 镍铈试金-电感耦合等离子体质谱法

试料经配料、高温熔融，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，经负压抽滤后，沉淀连同滤膜低温消解，ICP-MS 测定铂族元素。

2.3.3.2.1 称样量的考察

测定金精矿样品中铂族元素含量时，要充分考虑到金精矿样品中铂族元素含量比较低的客观现实。如果称样质量少，不但取样代表性差，还可能不能满足仪器测定范围要求，且镍铈试金的试剂空白比较高，如果基体铂族元素含量低，空白值对测定结果的影响比较大，因

此，金精矿样品的称样质量不能太少。在选取称样质量时，也要考虑到金精矿样品中其他成分，例如硅、硫等，针对硅酸盐和高硫矿，如果称样质量大，整个体系内硅或硫含量就很高，影响熔融及造渣效果，对后续镍钨扣的水化、溶解以及过滤产生影响。综上所述，确定称样质量要充分考虑到取样代表性、测定范围以及硅和硫含量，针对一般金精矿样品来讲，称取 10 g~20 g 试样，可以得到较好的镍钨扣，且镍钨扣易水化、酸溶、过滤，测定结果具有良好的准确性和稳定性。

2.3.3.2.2 熔样温度的影响

样品与试剂在高温熔融过程中，试样被分解并与加入的试剂形成硅酸盐和硼硅酸盐和镍钨扣，整个反应过程中，温度对熔渣以及硫化镍对铂族元素的捕集非常重要，因此探究温度对铂族元素测定的影响，选取 3#金精矿样品，初步探索 950 °C、1000 °C、1050 °C、1100 °C、1150 °C 对铂族元素测定的影响，数据见下表。

表 16 融样温度对测定结果的影响 ($n=3$)

单位为纳克每克

元素	950 °C	1000 °C	1050 °C	1100 °C	1150 °C
Pt	948.2	919.3	934.8	926.8	923.6
	892.1	818.6	986.5	1014.3	962.8
	832.8	859.8	923.8	936.8	958.1
Pd	985.2	908.6	995.2	982.3	912.6
	912.0	958.2	938.6	926.8	993.2
	908.2	889.3	946.5	988.3	982.5
Ru	892.8	928.6	987.2	936.8	982.2
	832.8	955.8	992.6	983.5	985.1
	782.3	952.3	965.5	923.8	928.5
Rh	889.9	916.5	928.6	963.4	984.4
	925.2	902.2	936.8	978.6	933.2
	928.6	934.8	949.6	934.8	945.5

Ir	911.6	925.6	999.6	919.8	982.6
	916.8	935.8	986.6	950.8	931.8
	892.3	936.6	922.3	934.8	928.5

从表中数据可以看出，当熔样温度为 950 °C 和 1000 °C 时，测定结果的回收率相对较低，且结果均一性较差，当熔样温度达到 1050 °C 以上时，结果的回收率较高，且均一性有所提高；从造渣效果上看，熔样温度达到 1050 °C 时，得到熔渣和镍扣的效果较好，说明融样温度达到 1050 °C 时，熔样效果较好，得到结果的准确性较高，因此选择熔样温度为 1050 °C。

2.3.3.2.3 熔样时间的影响

镍铈试金过程相当于在高温熔融状态下的液-液萃取过程，萃取时间的长短对萃取率产生直接影响，萃取时间短，萃取不完全，即无法将铂族元素完全捕集，萃取时间过长，不但影响工作效率，还会造成资源的浪费，时间过长还可能造成铂族元素在高温下损失，所以探究熔样时间对铂族元素回收率的影响是很有必要的，选取 3#金精矿作为试验样品，初步探索高温萃取时间为 10 min、15 min、20 min、25 min、30 min 时对铂族元素测定的影响，数据见下表。

表 17 融样时间对测定结果的影响 ($n=3$)

单位为纳克每克

元素	10 min	15 min	20 min	25 min	30 min
Pt	975.8	982.5	981.8	994.1	1021.1
	896.3	846.1	1005.5	1008.6	964.6
	914.2	957.8	967.1	923.6	1007.5
Pd	900.3	892.4	891.8	920.9	988.0
	937.2	990.5	989.9	924.5	967.9
	898.1	937.6	1036.9	997.9	1001.3

Ru	946.2	942.9	972.2	904.5	998.0
	735.8	978.6	982.6	967.2	988.3
	896.1	902.5	1001.9	918.3	992.5
Rh	856.4	834.1	1033.5	977.7	1002.6
	978.4	983.9	983.2	976.2	978.4
	942.1	797.7	997.0	901.2	942.1
Ir	989.9	949.6	949.0	961.3	989.9
	842.5	997.0	996.3	924.9	1012.5
	902.3	959.4	952.6	979.1	982.3

从表中数据可以看出，当熔样时间为 10 min 和 15 min 时，熔样时间较短，萃取不完全，造成测定结果有偏低的现象，且测定结果不稳定；当熔样时间达到 20 min 以上时，萃取完全，测定结果较好，因此选择熔样时间为 20 min。

2.3.3.2.4 镍用量的影响

本文加入的镍为碱式碳酸镍 $[\text{NiCO}_3 \cdot 2\text{Ni}(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ ，随着镍用量的增加，捕集效率提升，回收率随之提高，但碱式碳酸镍试剂中一般会含有微量的铂族元素，随着镍量的增加，相应的空白值增大，空白值大对铂族元素测定结果的准确性和稳定性有一定影响，选取 3#金精矿样品，初步探索 5 g、10 g、15 g、20 g、25 g、30 g 碱式碳酸镍对测定结果的影响，数据见下表。

表 18 镍用量对测定结果的影响 ($n=3$)

单位为纳克每克

元素	3 g	6 g	10 g	15 g	20 g
Pt	845.8	827.5	978.2	928.6	1008.5
	847.5	943.1	982.1	933.0	931.3
	900.6	892.6	973.9	943.2	978.2
Pd	827.7	840.3	947.0	911.8	958.0
	893.6	888.6	959.5	941.6	997.4
	882.3	871.0	944.0	909.1	953.9

Ru	911.8	905.2	954.2	929.2	993.5
	854.0	850.1	909.2	897.1	950.3
	934.5	913.7	977.7	955.2	997.9
Rh	919.1	909.8	931.1	946.5	966.5
	911.1	905.2	1003.8	955.0	1032.4
	918.8	997.7	998.1	948.0	974.5
Ir	877.4	949.6	971.2	1001.6	951.6
	925.5	997.0	925.2	978.2	992.2
	904.6	959.4	972.1	1043.5	1040.2

从表中数据可以看出，当碱式碳酸镍的用量为 3 g 到 6 g 时，测定结果有偏低的现象，说明用于捕集铂族元素的镍较少，捕集率低，当镍的用量增加至 10 g 以上时，测定结果具有良好的准确度和稳定性，说明加入 10 g 以上的碱式碳酸镍就可以对铂族元素做到有效的捕集，但镍用量越大，空白值越大，因此选择加入 10 g 碱式碳酸镍。

2.3.3.2.5 升华硫用量的影响

配料时加入的碱式碳酸镍和升华硫反应生成硫化镍，硫化镍是捕集铂族元素的捕集剂，所以升华硫用量对测定结果有很重要的影响。

表 19 升华硫用量的影响 ($n=3$)

单位为纳克每克

元素	0.5g	1g	2g	4g
Pt	932.5	956.6	936.6	892.2
	988.3	963.4	940.3	924.7
	971.2	955.6	923.6	932.6
Pd	962.8	899.2	923.5	998.2
	926.6	1023.6	912.5	942.6
	982.2	995.6	973.6	896.6
Ru	935.5	945.5	835.6	944.5
	1048.3	987.2	948.1	986.6
	893.1	894.2	926.1	936.8
Rh	926.6	972.2	936.2	881.2
	869.3	952.2	852.2	892.6

	952.3	923.6	978.6	926.3
Ir	899.5	1032.5	923.2	892.3
	932.6	923.8	990.6	972.8
	1000.5	987.3	912.8	936.2

从表中数据可以看出，当加入不同质量的升华硫，测定结果差异性不大，但试验现象有不同。当不加入升华硫时，镍扣水化较慢；当加入 1 g 升华硫时，镍扣水化效果较好；当加入 2 g 和 4 g 升华硫时，镍扣水化较快，但出现镍扣和熔渣粘连的现象，去除熔渣较难。综上所述，选择加入 1 g 升华硫。

2.3.3.2.6 硫化亚铁用量的影响

为了避免升华硫不足或过剩，可以用硫化亚铁代替部分升华硫，而且硫化亚铁的加入有利于镍扣水化。因此，硫化亚铁的加入对镍硫试金测定金精矿样品中的铂族元素含量是利好的，但硫化亚铁的加入量对测定结果也有一定影响，所以需要确定硫化亚铁的加入量。选择 3# 金精矿样品，并对样品进行焙烧，除掉样品本身的硫化物。

表 20 硫化亚铁用量的影响 ($n=3$)

单位为纳克每克

元素	3 g	5 g	7 g	9 g	11 g
Pt	—	1038.1	992.4	938.1	925.0
	—	890.6	973.8	890.6	900.9
	—	971.2	955.6	971.2	942.6
Pd	—	994.5	904.4	894.5	937.3
	—	933.5	1002.8	933.5	974.6
	—	870.1	944.4	870.1	932.0
Ru	—	1035.6	964.8	835.6	944.5
	—	1088.1	930.6	888.1	916.6
	—	973.1	984.2	873.1	892.8
Rh	—	1031.7	963.2	831.7	875.3
	—	834.3	992.8	834.3	881.6

	—	1074.2	983.3	974.2	1085.3
Ir	—	1039.6	977.4	939.1	965.0
	—	917.0	957.5	990.6	971.9
	—	929.4	1003.4	981.2	962.6

从表中数据可以看出，当加入 3 g 硫化亚铁时，镍扣无法水化，因此无法测定结果；当加入 5 g 硫化亚铁时，镍扣水化较慢，且水化不完全，测定结果存在干扰；当加入 7 g 硫化亚铁时，水化较好，测定结果稳定；当加入 9 g 和 11 g 硫化亚铁时，由于硫化亚铁过量，造成镍扣与熔渣粘连，影响过滤效率。因此选择加入 7 g 硫化亚铁。

2.3.3.2.7 面粉加入量考察

配料过程中加入面粉，主要是让整个熔融过程处于一个还原性体系中，保证体系中的硫与镍生成能够捕集铂族元素的硫化镍，因此面粉的加入直接影响捕集效果。一般根据样品还原力加入 0 g~2 g 面粉。

2.3.3.2.8 二氧化硅加入量考察

硅酸度 (K) 的大小直接影响造渣效果，造渣的好与坏直接影响测定结果的准确性，所以控制好硅酸度是非常重要的。硅酸度 (K) 太小，不利于金精矿样品分解，导致金精矿样品中的铂族元素没有完全暴露出来，造成铂族元素损失，且在此条件下，碳酸钠起到脱硫剂的作用，会阻止镍钨扣的生成，影响捕集效果。硅酸度 (K) 太大，则熔渣过于粘稠，不利于镍钨扣的聚集，造成渣与镍钨扣分离困难，影响后续的过滤和测定。

在控制硅酸度时，要充分考虑到金精矿样品本身的硅含量，若样品本身硅含量较高，那么在配料时，加入的二氧化硅的量就要减少；若样品本身硅含量较少，那么在配料时，加入的二氧化硅的量可以适当增加。

经大量试验证明，硅酸度（ K ）控制在 2 左右时，造渣较好，且试验结果较稳定。

2.3.3.2.9 镍钨扣溶解酸度试验

本试验选取 3 号样品，由于镍和铂族元素同主族，其化学性质基本相同，这是利用这一特性应用钨镍试金富集铂族元素，富集效果好。但还是由于这一特性，镍的谱线在 ICP-OES/ICP-MS 上对铂族元素存在谱线干扰，特别是 Ir 的谱线，故有效的除掉镍尤为重要，通过改变溶解镍钨扣的酸度，酸度分别为浓盐酸，1+1 盐酸，1+2 盐酸，1+3 盐酸，和 1+4 盐酸，其余按试验步骤对试样进行试验，详情见下表。

表 21 不同浓度盐酸溶解镍钨扣结果

样品编号	盐酸浓度	溶解现象	溶解时间
3#	1+4	溶解慢，部分样品存在不溶残渣，酸损失过多	32 h
	1+3	溶解慢，样品消解完全	14 h
	1+2	反应速度温和，样品消解完全	10 h
	1+1	反应速度温和，样品消解完全	6 h
	浓盐酸	反应过于剧烈，放热多	

表 22 不同测定结果 ($n=3$)

单位为纳克每克

元素	浓盐酸	1+1 盐酸	1+2 盐酸	1+3 盐酸	1+4 盐酸
Pt	945.7	959.2	934.8	1026.5	823.6
	976.2	958.8	986.5	935.6	862.8

	951.8	972.6	923.8	936.5	788.8
Pd	985.2	948.6	995.2	982.3	912.6
	962.2	958.2	938.6	926.8	893.2
	948.2	989.3	946.5	1044.3	882.5
Ru	892.1	998.6	987.2	936.8	982.2
	832.8	1055.8	992.6	983.5	885.3
	782.3	952.3	965.5	923.8	828.5
Rh	889.2	986.5	928.6	963.4	894.3
	925.2	962.2	936.8	978.6	833.2
	948.6	934.8	949.6	934.8	945.5
Ir	911.6	925.6	1103.6	919.8	982.6
	906.8	935.8	986.6	950.8	931.8
	892.3	936.6	922.3	934.8	928.5

从上表中溶解情况和测定结果看，盐酸浓度为 1+3 及以上浓度均能较好的将镍扣溶解，但是综合测定结果、溶解时间、溶解现象及成本等考虑，采用 1+1 盐酸溶解镍扣时间较短、溶解完全，测定结果满足准确度要求，因此采用 1+1 盐酸溶解镍扣适宜。

2.3.3.2.10 镍钨扣溶解温度试验

本试验选取 3 号样品，在铂族元素中由于钨的氧化物在高温情况下具有热损失，通过查阅钨的硫化物在王水中的温度超过 130 °C 就会有损失，所以试验温度选择 100 °C~190 °C 对象，结果见下表。

表 23 不同温度测定结果 ($t=3$)

单位为纳克每克

元素	100 °C	120 °C	150 °C	190 °C
Pt	945.5	923.5	934.8	988.2
	907.8	956.8	986.5	935.6
	932.8	975.3	923.8	1080.3
Pd	956.3	941.5	995.2	936.6
	985.5	969.2	938.6	945.9
	928.6	958.1	946.5	998.5
Ru	992.1	936.5	987.2	753.2

	968.2	984.2	992.6	665.5
	954.6	924.5	965.5	745.8
Rh	956.2	963.2	928.6	936.8
	913.5	915.8	936.8	912.8
	958.6	935.6	949.6	985.6
Ir	923.5	1082.6	1103.6	823.3
	998.5	1120.5	987.5	950.8
	972.1	968.2	928.9	934.8

从表中数据可以看出，钌随着温度的升高，都有一定程度的损失，当温度高于 120 °C 时，钌测定结果偏低，故选择 120 °C 为钌镍扣消解温度。

2.3.3.2.11 沉淀剂的选择

沉淀剂的使用与作用，由于溶解度的原因，溶液中会残留一定的微量铂族元素，沉淀剂分为共沉淀剂和降低溶液溶解度两种，通过查阅在钌镍试金消解的过程中常用的沉淀剂有 Te 沉淀剂（碲酸钠）、Se 沉淀剂（硒酸钠）、三氯化铁、二氯化锡、硫磺，选取含 500 ppb 铂族元素的标准溶液进行加标回收率试验，结果见下表。

表 24 不同沉淀剂测定结果 ($n=3$)

单位为纳克每克

沉淀剂	回收率%				
	Pt	Pd	Rh	Ir	Ru
Te 沉淀剂（亚碲酸钠）	98.26	93.26	92.36	92.15	96.35
Se 沉淀剂（亚硒酸钠）	102.2	95.83	99.15	96.16	91.26
Te 沉淀剂（亚碲酸钠）+Se 沉淀剂（亚硒酸钠）	98.62	95.26	101.6	98.23	99.26
三氯化铁	89.26	92.12	94.47	78.62	85.62
二氯化锡	93.56	93.25	92.5	103.5	88.59
硫磺	95.36	94.45	96.21	88.25	82.25

从表中数据可以看出，沉淀的选择对结果的影响不大，但有文献

研究表明 Te 沉淀剂和 Se 沉淀剂的加入有利于铂族元素的沉淀，故选择沉淀剂选择 Te 沉淀剂和 Se 沉淀剂共同加入。

2.3.3.2.12 消解温度

本试验选取 3 号样品，研究消解温度对测定结果的影响，在 100 °C ~ 220 °C 范围内改变消解温度，其余按试验步骤进行，测定结果见下表。

表 25 消解不同温度测定结果

元素	100 °C	120 °C	150 °C	190 °C	220 °C
Pt	923.5	965.6	982.6	987.5	935.2
	971.2	926.6	936.5	945.8	946.8
	883.6	1085.6	987.5	986.3	912.5
Pd	932.2	935.8	966.4	948.1	946.2
	971.3	969.2	948.9	991.8	972.6
	954.3	986.3	988.1	935.7	941.2
Ru	905.3	984.5	885.6	733.2	784.2
	968.2	936.8	923.5	765.5	790.6
	935.6	956.3	964.8	708.5	712.6
Rh	948.6	938.4	985.2	948.7	889.1
	935.9	984.6	936.8	902.8	807.6
	863.2	935.6	949.3	904.7	888.9
Ir	1032.6	936.5	889.2	863.7	984.6
	109.6	987.5	857.2	882.1	923.6
	945.8	1088.5	933.8	923.6	914.6

从表中数据可以看出，随着温度的增加，当温度超过 150 °C，钌存在一定的损失，故选择 120 °C 为消解温度。

2.3.3.2.13 质量数干扰

同量异位素和多原子干扰是 ICP-MS 测定带测样品时不可避免的两个因素，存在质量数损失和多原子同质量数干扰，铂族元素的同量

异位素和多原子干扰如下表所示。试样经镍铈试金预富集，镍铈扣经盐酸溶解后，试样中的待测元素与其他基体元素可以有效分离，因此，在实际测定中未见表中的各多原子离子干扰。

表 26 铂族元素同量异位素和多原子离子干扰

待测元素	选用的同位素	多原子离子
Rh	103Rh (100%)	63Cu40Ar, 87Sr1601H
Ir	191Ir (37.30%)	1H1900s, 14N177Hf
	193Ir (62.7%)	177Hf160
Pt	198Pt、192Pt、194Pt、195Pt、196Pt、198Pt	197Au1H
Pd	102Pd、103Pd	---
Ru	96Ru、98Ru、99Ru、100Ru、101Ru、102Ru、104Ru	---

2.3.3.2.14 内标元素的选择

内标法是 ICP-MS 不可或缺的检测手段，能够有效的校正矫正仪器的波动情况。使用的原则一般为待测溶液中无该内标元素、与待测元素质量数相近、回收率满足要求，制备含有 100 ppb 铂族元素的标准溶液，用 100 ppb 的内标 Re、Tl、Lu、Y、In、Cs、Sc、溶液进行内标补偿测定，选出合适的内标溶液，回收率见下表。

表 27 内标元素的选择

内标元素	回收率/%		
	1	2	3
Re	95.56	98.62	98.14
Tl	135.9	152.3	128.3
Lu	98.50	99.82	99.58
Y	97.85	99.56	98.45
In	98.56	99.56	99.58
Cs	98.56	95.68	96.25
Sc	98.12	97.48	98.25

从表中数据可以看出，Lu、Y、In 都满足内标要求，本方法最终选择 In 做内标。部分金精矿中含有 T1，少部分 T1 会一同进入到待测溶液溶液中，产生正干扰。

2.3.3.1.15 干扰试验

根据金精矿中各元素的干扰，按本方法进行干扰元素的考察，分别向 7#试样中加入 Cu、Pb、Zn、As、Sb、Bi、Si、Fe、Ni、Mn、Sb 等干扰元素，按照最大加标量加入 10mg，结果如下表所示。

表 28 混合离子干扰试验测定结果

干扰元素	回收率/%					
	1	2	3	4	5	6
Au、Ag、Bi、Cu、Pb、Zn、As、Sb、Si、Fe、Ni、Mn	98.25	95.36	97.45	96.35	99.23	98.65

从表中数据可以看出，上述干扰元素加入量的条件下，回收率均在 90-110% 范围内，共存离子对铂族元素的干扰小，满足方法要求，均可以不予考虑。

2.3.3.2.16 精密度试验

选取 1 号~6 号试样，加入一定量的铂族标准溶液，按照试验方法处理样品，分析结果见下表。

表 29 精密度试验

元素	试样	测定结果 (ng/g)											平均值	RSD (%)
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11		
Pt	1#	11.32	10.95	13.25	11.36	10.95	9.52	9.15	13.12	11.12	12.20	11.56	11.32	11.20
	2#	208.5	211.3	216.5	189.2	193.8	209.8	192.7	200.5	210.5	208.5	222.6	205.8	5.09
	3#	962.8	1032.2	952.3	956.3	998.6	1088.6	1042.6	1003.6	975.6	948.6	978.6	994.5	4.46

	4#	2451.3	2436.3	2397.6	2511.8	2578.6	2585.3	2423.5	2486.2	2452.6	2455.2	2411.8	2471.8	2.55
	5#	5230.2	5100.6	5068.5	4932.5	5103.6	5008.3	5056.6	5136.5	5032.8	5102.8	5039.4	5073.8	1.50
	6#	9898.2	9910.6	10186.8	10445.3	9812.6	9994.8	10231.5	9945.8	9856.5	10347.5	10215.6	10076.8	2.14
Pd	1#	9.46	9.85	9.02	10.36	9.12	9.72	10.86	11.35	10.62	9.13	9.25	9.89	8.08
	2#	211.5	186.2	192.4	195.6	188.6	192.4	195.6	192.6	205.8	190.5	201.5	195.7	3.91
	3#	1025.6	1088.5	1010.6	956.8	963.2	984.41	951.2	988.6	965.8	986.2	967.5	989.9	4.02
	4#	2412.6	2488.6	2436.5	2477.1	2515.6	2598.2	2415.6	2558.5	2546.6	2502.5	2402.6	2486.8	2.62
	5#	4891.5	4992.5	4853.6	4879.3	5089.4	5011.6	5001.8	4911.5	4826.9	5105.8	5089.5	4968.5	2.03
	6#	9756.8	9852.8	9984.5	10236.8	10235.4	10221.5	10406.6	9812.3	9798.6	9705.8	10085.6	10008.8	2.40
Rh	1#	10.26	11.35	11.68	10.12	10.62	10.88	11.12	10.02	11.36	10.26	11.13	10.80	5.31
	2#	198.6	189.5	192.5	202.5	195.6	209.5	215.3	218.5	196.2	192.3	190.5	200.1	5.06
	3#	1012.5	1032.6	1011.5	978.6	968.5	1088.6	1112.8	1032.2	998.6	945.6	968.5	1013.6	5.06
	4#	2496.5	2398.6	2458.2	2418.5	2432.5	2598.5	2413.5	2478.6	2463.5	2556.3	2567.1	2480.2	2.72
	5#	5036.4	5008.6	4893.6	4936.5	4885.2	4895.6	4992.6	5111.2	5080.6	4911.3	4936.7	4971.7	1.59
	6#	10322.6	10524.5	9878.6	9912.5	9892.1	9971.6	10752.6	10234.8	9687.2	9852.6	9845.6	10079.5	3.30
Ir	1#	9.23	9.45	9.63	9.22	9.23	9.21	9.23	9.44	9.85	9.45	9.66	9.42	2.33
	2#	212.5	205.8	205.2	197.5	192.1	210.5	208.2	205.5	211.5	208.1	200.8	205.2	3.04
	3#	985.6	966.2	987.2	987.6	912.5	908.6	998.3	1008.6	1028.6	946.8	987.2	974.3	3.88
	4#	2412.8	2433.6	2465.5	2418.6	2532.5	2549.3	2566.8	2456.2	2408.6	2514.6	2587.2	2486.0	2.66
	5#	5096.5	4936.2	5158.4	5078.6	5155.6	4856.9	4895.2	4932.6	4959.5	5065.8	5103.6	5021.7	2.15
	6#	9898.2	9812.6	9998.5	10225.6	10287.4	9856.3	9888.4	10521.6	10526.2	9875.6	9912.5	10073.0	2.67
Ru	1#	9.56	9.23	9.45	9.12	9.56	9.23	9.02	9.82	10.63	9.32	9.65	9.51	4.66
	2#	186.7	187.5	207.5	215.2	208.6	198.5	186.5	195.8	186.8	184.6	195.5	195.7	5.43
	3#	923.5	985.6	947.6	971.3	965.8	996.2	910.5	943.5	956.8	998.6	987.5	962.4	3.03
	4#	2415.2	2418.5	2487.3	2398.6	2458.2	2506.3	2432.5	2412.6	2478.3	2456.6	2491.3	2450.5	1.51
	5#	4896.7	4932.1	4999.6	5100.9	5189.6	5027.6	4894.6	4902.8	4977.2	4916.5	4888.1	4975.1	1.97
	6#	9756.8	9932.5	9748.5	9987.4	9894.7	9786.6	9912.6	9856.8	10088.3	9874.5	9965.5	9893.0	1.10

从上表中数据可以看出，精密度满足要求。

2.3.3.2.17 准确度试验

选取有证标准物质，按照标准方法进行准确度试验，结果见下表。

表 30 准确度测定结果

标物编号	测定结果/ (ng/g)					
	Pt	Pd	Ru	Ir	Rh	Os
GBW07291	61.23	66	3.01	4.92	5.02	—
标准值	58±5	60±9	2.5±0.2	4.7±1.1	4.3±0.8	2.4±0.6
GBW07293	462.3	592.1	12.35	34.88	21.62	—

标准值	440±37	568±51	13±1	28±7	22±3	15.6±2
GBW07294	15.23	14.62	0.92	1.56	0.92	—
标准值	14.7±2.5	15.2±2.3	0.66±0.2	1.2±0.3	1.1±0.2	0.64±0.14

从表中数据可以看出，标准物质的准确度测定结果满足方法要求。

三、主要试验（或验证）情况分析

验证数据统计分析如下：

3.1 原始数据

工作组各单位的测定结果列于下表：

表 31 铅试金-Pt 原始数据

单位为纳克每克

实验室	水平 <i>j</i>							
	1	2	3	4	5	6	7	8
1	12.31	223.5	889.2	3265.9	5768.2	9205.4	369.1	1297.5
	12.05	217.9	868.2	3195.4	5687.4	9156.3	359.3	1254.6
	11.93	221.6	879.1	3215.2	5725.6	9215.7	361.8	1275.3
	12.45	219.5	871.6	3245.6	5739.9	9104.1	367.4	1218.7
2	12.33	216.2	865.1	3206.2	5725.1	9190.2	370.2	1282.5
	12.12	219.6	886	3235.4	5766.3	9188.6	360.6	1298.3
	12.04	223.3	858.5	3228.9	5718.2	9162	365.3	1288.3
	12.25	221.5	889.7	3244	5729.8	9150.4	368.6	1255.1
3	11.1	214.1	873.7	3151.2	5653.9	9164.8	376.8	1255.5
	12	220.7	840.5	3190.1	5802.3	9111.2	359.7	1351
	12.23	225.2	889.2	3217.5	5609.7	9038.9	379.2	1333.4
	12.5	218.5	858.4	3208.7	5711.4	8995.7	372.5	1283.5
4	13.71	222.2	853.2	3208	5703	9115	360	1375
	13.91	231.7	900.4	3358	5424	9208	369.6	1257
	13.6	223.4	854	3251	5698	8963	391.6	1385
	12.13	229.2	871.2	3218	5708	9313	395.2	1394
5	10.33	200.5	958.6	3167	5421.6	9320.2	415.5	1413.8
	10.41	202.4	973.3	3170.9	5525.9	9380.4	388.5	1431.4
	9.98	206.7	975.2	3209.9	5453.4	9539	399.4	1448.3
	10.15	193.4	929.5	3180.9	5605.6	9451	406.8	1405.5

6	11.78	225.1	865.6	3198.8	5720.6	9168.3	364.5	1330.3
	12.67	214.6	888.3	3270.2	5737.8	9102	376.9	1286
	12.44	219.1	892.9	3247.4	5790.3	9256.3	372.5	1297.5
	12.34	221.1	877.4	3240.9	5672.5	9054.9	362.2	1317.5
7	12.7	196.7	947.6	2996.7	5292.6	9093.9	389.5	1437.5
	12.23	228.7	923.5	3078.6	5685.7	9552.7	416.4	1360.7
	11.82	216	916.2	2937.3	5546.4	9345.5	399.8	1505
	13.33	207.2	929.5	3025	6081.2	9189	380.1	1420.2
8	12.3	226.4	880.8	3200	5727.8	9184.8	372.5	1290.5
	12.24	218.7	873.4	3273.2	5677.3	9185	355.2	1272.6
	12.22	223.2	864.7	3209.7	5790.4	9230.6	356.3	1276.2
	12.21	223	864.8	3193.2	5655.9	9184.1	356.2	1313.1

表 32 铅试金-Pd 原始数据

单位为纳克每克

实验室	水平 j							
	1	2	3	4	5	6	7	8
1	17.53	282.6	2725.1	12387.2	13987.2	22195.2	861.6	5665.1
	16.75	287.3	2679.8	12358.1	14029.8	22274.1	870.2	5629.1
	17.14	280.9	2701.5	12298.5	14098.2	22255.4	884.3	5641.3
	17.22	286.4	2689.1	12365.9	14151.2	22239.6	880.1	5631.2
2	17.25	285.1	2698.5	12453.6	14115.3	22283.3	890.5	5594.6
	17.33	290.2	2678.6	12398.5	14023.8	22315.6	886.5	5723.2
	17.4	279.5	2703.2	12289.3	14150.1	22210.4	858.2	5668.7
	17.19	282.6	2674.2	12306.4	14038.8	22268.8	865.4	5600.4
3	18.92	285.3	2788.8	12282	13618.2	21568	901.8	5697.1
	19.77	276	2746.7	12575.1	14214.4	22524.4	820.6	5458.6
	18.41	269.5	2669.5	11959.2	13823	22759.5	866.7	5419.5
	17.52	288.2	2706.1	12058.4	13925.5	22090.4	898.5	5509
4	19.9	290.6	2723	12018	13552	22301	911.6	5504
	20.61	302.5	2648	12236	13472	21364	839	5796
	18.41	302	2563	12349	14136	21563	921.4	5490
	19.51	288.5	2635	12047	14613	21595	920.8	5536
5	21.18	300.1	2821.6	12517.6	13383.8	22816.7	904.7	5817.6
	20.01	283.4	2808.6	12804.6	13073.3	23064.8	948.3	5861.6
	20.61	288.4	2830.8	12566.1	13277.4	23143.7	932.1	5891.9
	21.51	290	2811.4	12454.1	13388.2	22945.9	917.8	5855.9
6	17.36	285.9	2708.7	12316.4	14175.1	22372	859.4	5683.9
	17.04	280.4	2769.2	12397.1	14132.5	22009	888.2	5708.1
	16.88	281.3	2683.6	12436.7	14045.4	22222.7	891	5662.1
	16.94	286.4	2690.9	12284.4	13856.7	22435.8	866.8	5606.9
7	17.68	283.4	2786.5	12181.5	14111.5	22428.8	1008.8	6096.8

	17.7	271.4	2844.6	12501.2	14816.7	23745.8	988.9	6119.4
	17.96	298.6	2784.4	12423.8	14418.5	23357.7	992.4	6466.8
	17.00	281.4	2750.1	12672.4	15518.4	23021.6	986.4	5867.7
8	17.22	287.8	2698.2	12544.7	14217.4	22276.5	886.8	5652
	16.69	288.2	2658.5	12292	14217.4	22307.3	866.9	5607.7
	17.56	285.4	2725.2	12473.4	14297.1	22307.3	850.8	5704.1
	17.26	288.7	2658.6	12215.7	14327.4	21833.1	877.8	5521.2

表 33 铈镍试金-Pt 原始数据

单位为纳克每克

实验 室	水平 j							
	1	2	3	4	5	6	7	8
1	11.35	207.5	975.7	2469.1	5121.9	10196.2	11.35	207.5
	10.86	201.5	1012.3	2499.2	4965.2	9989.2	10.86	201.5
	12.39	213.9	969.9	2395.2	5048.2	9789.2	12.39	213.9
	13.06	198.5	1005.1	2481.6	4989.6	10235.1	13.06	198.5
2	11.2	209.5	1021.5	2498.9	4998.1	10251	11.2	209.5
	11.55	201.3	986.3	2513.6	4960.6	10155.4	11.55	201.3
	11.4	206.2	977.9	2422.3	5037.2	10031.5	11.4	206.2
	11.03	212.2	1001.2	2446.1	5100.8	9952.8	11.03	212.2
3	10.35	207.1	982.7	2452.7	5109.5	9905.6	10.35	207.1
	10.28	201.4	1013.6	2538.3	5017.3	9856.1	10.28	201.4
	11.06	193.2	1007.2	2507.4	4938.4	10172.5	11.06	193.2
	10.67	206.7	984.7	2465.6	5028.5	9944.7	10.67	206.7
4	11.2	209.5	1021.5	2498.9	4998.1	10251	11.2	209.5
	11.55	201.3	986.3	2513.6	4960.6	10155.4	11.55	201.3
	11.4	206.2	977.9	2422.3	5037.2	10031.5	11.4	206.2
	11.03	212.2	1001.2	2446.1	5100.8	9952.8	11.03	212.2
5	9.9	216.9	974.3	2432	5048	10113	9.9	216.9
	10.08	195.4	994.6	2490	4988	9997	10.08	195.4
	9.78	212.5	985.4	2500	5121	9877	9.78	212.5
	10.22	189.5	1026	2459	4976	10212	10.22	189.5
6	9.97	200.1	1000	2500	5008	10050	9.97	200.1
	9.88	197.5	988.6	2469	5087	9970	9.88	197.5
	10.12	200.7	1009	2502	5010	9998	10.12	200.7
	9.99	199.6	1020	2530	4960	10020	9.99	199.6
7	9.46	193.1	951.4	2545	4950	9925	9.46	193.1
	11.6	192.6	966.8	2436	4842	9842	11.6	192.6
	8.85	188.6	972.6	2473	4870	9864	8.85	188.6
	10.19	200.4	965	2449	4901	9896	10.19	200.4
8	11.36	189.2	956.3	2511.8	4932.5	10445.3	11.36	189.2
	10.95	193.8	998.6	2578.6	5103.6	9812.6	10.95	193.8

	9.52	209.8	1088.6	2585.3	5008.3	9994.8	9.52	209.8
	9.15	192.7	1042.6	2423.5	5056.6	10231.5	9.15	192.7

表 34 铈镍试金-Pd 原始数据

单位为纳克每克

实验室	水平 j							
	1	2	3	4	5	6	7	8
1	10.01	189.9	1089.2	2436.7	4985.6	9889.2	10.01	189.9
	9.92	208.8	1012.8	2457.1	4869.1	9968.1	9.92	208.8
	9.78	197.8	969.8	2483.7	4832.1	10123.1	9.78	197.8
	10.24	193.1	989.2	2427.2	4979.4	10085.2	10.24	193.1
2	9.13	196.3	1056.4	2416.2	4898.2	9991.5	9.13	196.3
	9.52	198.8	969.9	2459.6	4942.3	9897.2	9.52	198.8
	9.88	205	970.2	2502.6	5054.6	10134	9.88	205
	10.12	201.8	988.2	2488.6	4988.5	10055.6	10.12	201.8
3	9.02	196.5	1025.5	2475.8	4850.1	9857.2	9.02	196.5
	10.25	203.7	944.8	2630.1	5130.5	10169.6	10.25	203.7
	10.27	194.2	1035.5	2488.5	4988.7	10887.1	10.27	194.2
	9.55	200.7	930.4	2571.4	4957.5	10557.2	9.55	200.7
4	9.13	196.3	1056.4	2416.2	4898.2	9991.5	9.13	196.3
	9.52	198.8	969.9	2459.6	4942.3	9897.2	9.52	198.8
	9.88	205	970.2	2502.6	5054.6	10134	9.88	205
	10.12	201.8	988.2	2488.6	4988.5	10055.6	10.12	201.8
5	9.88	206.5	1015	2467	4978	10020	9.88	206.5
	10.05	195.6	975.2	2510	5015	9998	10.05	195.6
	9.75	188.7	965.2	2433	4966	10052	9.75	188.7
	10.22	212.4	1029	2488	4925	9976	10.22	212.4
6	10.02	198.3	998.5	2488	4910	9999	10.02	198.3
	9.96	210.1	1015	2495	4990	9975	9.96	210.1
	9.97	205.7	988.6	2523	5020	9899	9.97	205.7
	10.02	199.3	991.2	2498	5007	10080	10.02	199.3
7	10	193.4	999.3	2488	5058	9829	10	193.4
	9.1	191	1022	2497	5072	9766	9.1	191
	9.42	184.9	964.4	2516	4934	9880	9.42	184.9
	10.53	189.3	955.9	2454	4856	9938	10.53	189.3
8	9.46	211.5	1025.6	2412.6	4891.5	9756.8	9.46	211.5
	9.85	186.2	1088.5	2488.6	4992.5	9852.8	9.85	186.2
	9.02	192.4	1010.6	2436.5	4853.6	9984.5	9.02	192.4
	10.36	195.6	956.8	2477.1	4879.3	10236.8	10.36	195.6

表 35 铈镍试金-Rh 原始数据

单位为纳克每克

实验 室	水平 j							
	1	2	3	4	5	6	7	8
1	11.21	205.9	995.8	2501.1	4935.2	9959.2	11.21	205.9
	10.39	199.2	1019.2	2468.7	5012.1	10312.9	10.39	199.2
	11.01	196.5	988.9	2419.1	4992.3	9979.2	11.01	196.5
	10.02	201.2	1011.2	2457.6	4988.2	9934.1	10.02	201.2
2	10.22	195.1	1035.6	2434.2	5022.3	10223.6	10.22	195.1
	10.95	191.2	1015.1	2455.3	5006.8	10025.4	10.95	191.2
	11.14	199.6	996.4	2481	4963.5	9982.7	11.14	199.6
	11.26	196.3	991.2	2500.2	4933.1	9959.4	11.26	196.3
3	10.21	189.4	989.4	2597.4	5075.7	10981.2	10.21	189.4
	9.75	195.7	1069.9	2537.7	4892.1	10782.9	9.75	195.7
	9.83	211.2	943.7	2408.5	4853.8	9935.7	9.83	211.2
	9.49	202.4	1124.5	2445.1	4969.8	9969.5	9.49	202.4
4	10.22	195.1	1035.6	2434.2	5022.3	10223.6	10.22	195.1
	10.95	191.2	1015.1	2455.3	5006.8	10025.4	10.95	191.2
	11.14	199.6	996.4	2481	4963.5	9982.7	11.14	199.6
	11.26	196.3	991.2	2500.2	4933.1	9959.4	11.26	196.3
5	10.6	199.5	1032	2489	4969	10052	10.6	199.5
	10.33	210.4	1008	2460	5056	9983	10.33	210.4
	10.55	185.6	998.6	2522	4926	9962	10.55	185.6
	9.95	188.2	985.6	2475	4919	9915	9.95	188.2
6	9.99	197.5	1010	2489	4967	9880	9.99	197.5
	9.97	203.7	989.7	2498	5020	10002	9.97	203.7
	10.05	197.5	988.6	2477	4988	10070	10.05	197.5
	10.07	208.5	999.9	2533	5070	9980	10.07	208.5
7	11.26	194.6	954.4	2497	4952	9827	11.26	194.6
	9.29	196.7	1018	2503	5021	10023	9.29	196.7
	9.72	188.9	970.7	2477	4930	9871	9.72	188.9
	8.37	195.5	996.7	2449	4945	9866	8.37	195.5
8	10.26	198.6	1012.5	2496.5	5036.4	10322.6	10.26	198.6
	11.35	189.5	1032.6	2398.6	5008.6	10524.5	11.35	189.5
	11.68	192.5	1011.5	2458.2	4893.6	9878.6	11.68	192.5
	10.12	202.5	978.6	2418.5	4936.5	9912.5	10.12	202.5

表 36 铈镍试金-Ir 原始数据

单位为纳克每克

实验 室	水平 j							
	1	2	3	4	5	6	7	8
1	9.61	199.8	1002.1	2454.1	4986.2	9979.1	9.61	199.8
	9.24	207.2	998.9	2413.2	5012.4	9868.4	9.24	207.2
	9.39	201.4	979.3	2483.1	5145.7	10125.4	9.39	201.4
	9.36	206.1	986.1	2512.6	5069.3	10063.7	9.36	206.1
2	9.6	218.2	980.9	2455.1	4947.5	9998.2	9.6	218.2
	9.62	191.8	998.6	2436.3	5058.6	10052.1	9.62	191.8
	9.23	202.3	950	2489.7	5100.3	10166.9	9.23	202.3
	9.31	201.5	972.3	2496.2	4998.2	10104.3	9.31	201.5
3	10.54	196.7	1045.7	2612.7	5045.8	10752.5	10.54	196.7
	9.75	199.5	938.2	2538.6	4958.2	10981.2	9.75	199.5
	10.18	204.8	1015.1	2522.1	5042.6	9950.7	10.18	204.8
	10.33	193.8	966.5	2469.3	4875.8	9892.3	10.33	193.8
4	9.6	218.2	980.9	2455.1	4947.5	9998.2	9.6	218.2
	9.62	191.8	998.6	2436.3	5058.6	10052.1	9.62	191.8
	9.23	202.3	950	2489.7	5100.3	10166.9	9.23	202.3
	9.31	201.5	972.3	2496.2	4998.2	10104.3	9.31	201.5
5	9.45	222.1	958.8	2454	5112	9982	9.45	222.1
	9.56	198.6	978.6	2489	4988	10012	9.56	198.6
	9.35	211.6	923.6	2432	4955	9965	9.35	211.6
	9.71	185.6	940.2	2466	4966	9910	9.71	185.6
6	10.03	197.3	989.9	2501	4988	9980	10.03	197.3
	10.04	208.7	997.5	2468	5046	10010	10.04	208.7
	9.96	199.3	1009.9	2530	5012	10070	9.96	199.3
	9.97	207.7	1015.1	2509	4960	9920	9.97	207.7
7	9.52	190.1	956.5	2451	4830	9825	9.52	190.1
	9.89	191.8	970.8	2431	4852	9847	9.89	191.8
	9.21	187.5	930.3	2409	4785	9947	9.21	187.5
	9.72	192.8	942.5	2516	4874	9880	9.72	192.8
8	9.23	212.5	985.6	2412.8	5096.5	9898.2	9.23	212.5
	9.45	205.8	966.2	2433.6	4936.2	9812.6	9.45	205.8
	9.63	205.2	987.2	2465.5	5158.4	9998.5	9.63	205.2
	9.22	197.5	987.6	2418.6	5078.6	10225.6	9.22	197.5

表 37 铈镍试金-Ru 原始数据

单位为纳克每克

实验 室	水平 j							
	1	2	3	4	5	6	7	8
1	9.81	196.2	989.1	2394.1	4956.1	9912.9	9.81	196.2
	9.39	189.8	957.4	2484.2	4869.2	9903.4	9.39	189.8
	9.21	203.9	993.1	2469.2	5021.3	9808.2	9.21	203.9
	9.58	209.4	968.2	2394.3	4958.2	9987.1	9.58	209.4
2	9.24	185.7	989.2	2455.6	5010.2	9900.1	9.24	185.7
	9.65	198.6	999.4	2469.3	4979.5	9815.3	9.65	198.6
	9.68	211.3	933.5	2423.5	4966.1	9881.3	9.68	211.3
	9.56	202.3	940.2	2446.8	4939.8	9899.6	9.56	202.3
3	9.77	187.6	922.6	2557.5	5011.7	9825.1	9.77	187.6
	10.05	192.5	1035.4	2487.1	5142.5	10652.8	10.05	192.5
	9.84	206.7	1016.5	2630.8	5092.5	9964.5	9.84	206.7
	9.31	194.2	948.9	2584.4	4843.5	10087.2	9.31	194.2
4	9.24	185.7	989.2	2455.6	5010.2	9900.1	9.24	185.7
	9.65	198.6	999.4	2469.3	4979.5	9815.3	9.65	198.6
	9.68	211.3	933.5	2423.5	4966.1	9881.3	9.68	211.3
	9.56	202.3	940.2	2446.8	4939.8	9899.6	9.56	202.3
5	9.68	198.3	980.3	2463	4990	9921	9.68	198.3
	9.88	202.6	957.6	2415	5102	10056	9.88	202.6
	9.92	188.7	932.6	2496	4852	9900	9.92	188.7
	9.55	195.6	962.3	2455	4902	10002	9.55	195.6
6	9.92	201.5	996.4	2524	5037	9985	9.92	201.5
	9.99	196.7	985.3	2485	4887	9990	9.99	196.7
	10.05	198.3	1010	2490	5040	10080	10.05	198.3
	10	203.4	996.7	2530	4850	9910	10	203.4
7	9.24	198.9	958.6	2501	4927	9819	9.24	198.9
	9.56	204.8	943.5	2448	4912	9873	9.56	204.8
	9.99	198	960.6	2422	4848	10140	9.99	198
	10.9	206	968.6	2484	4936	9906	10.9	206
8	9.56	186.7	923.5	2415.2	4896.7	9756.8	9.56	186.7
	9.23	187.5	985.6	2418.5	4932.1	9932.5	9.23	187.5
	9.45	207.5	947.6	2487.3	4999.6	9748.5	9.45	207.5
	9.12	215.2	971.3	2398.6	5100.9	9987.4	9.12	215.2

3.2 测定结果的一致性和离群值的检查

(1) 柯克伦检验

$n=4, p=8$, 柯克伦检验 5% 临界值为 0.3910; 1% 临界值为 0.4627。

柯克伦检验结果见下。

表 38 柯克伦检验结果表-铅试金 Pt

水平 1 统计值	水平 2 统计值	水平 3 统计值	水平 4 统计值	水平 5 统计值	水平 6 统计值	水平 7 统计值	水平 8 统计值
0.4283*	0.3343	0.3012	0.2985	0.3105	0.3251	0.2958	0.2645
*统计歧离值。 ** 统计离群值。							

表 39 柯克伦检验结果表-铅试金 Pt

水平 1 统计值	水平 2 统计值	水平 3 统计值	水平 4 统计值	水平 5 统计值	水平 6 统计值	水平 7 统计值	水平 8 统计值
0.4016*	0.3806	0.3756	0.3206	0.3617	0.3452	0.2984	0.3012
*统计歧离值。 ** 统计离群值。							

表 40 柯克伦检验结果表-铊镍试金 Pt

水平 1 统计值	水平 2 统计值	水平 3 统计值	水平 4 统计值	水平 5 统计值	水平 6 统计值
0.4596*	0.3456	0.3256	0.3657	0.3815	0.3234
*统计歧离值。 ** 统计离群值。					

表 41 柯克伦检验结果表-铊镍试金 Pd

水平 1 统计值	水平 2 统计值	水平 3 统计值	水平 4 统计值	水平 5 统计值	水平 6 统计值
0.4501*	0.3806	0.3756	0.3625	0.3082	0.2632
*统计歧离值。 ** 统计离群值。					

表 42 柯克伦检验结果表-铊镍试金 Rh

水平 1 统计值	水平 2 统计值	水平 3 统计值	水平 4 统计值	水平 5 统计值	水平 6 统计值
0.3688	0.3234	0.3045	0.2378	0.3278	0.2978
*统计歧离值。					

** 统计离群值。

表 43 柯克伦检验结果表-铈镍试金 Ir

水平 1 统计值	水平 2 统计值	水平 3 统计值	水平 4 统计值	水平 5 统计值	水平 6 统计值
0.4676*	0.3806	0.3756	0.3206	0.36C17	0.3452
*统计歧离值。 ** 统计离群值。					

表 44 柯克伦检验结果表-铈镍试金 Ru

水平 1 统计值	水平 2 统计值	水平 3 统计值	水平 4 统计值	水平 5 统计值	水平 6 统计值
0.4345*	0.3278	0.3023	0.3562	0.3026	0.1868
*统计歧离值。 ** 统计离群值。					

对上述结果表进行统计，存在歧离值，经实际分析研究，不剔除任何值，进行下一部检验。

(2) 格拉布斯检验

格拉布斯检验结果见下表。

表 45 格拉布斯检验结果（铅试金）

格拉布斯检验	最大值	$p=8$	1%: 3.270; 5%: 2.938					
Gp (Pt) =	1.678	1.567	1.904	1.856	1.256	1.362	1.452	1.262
	合理	合理	合理	合理	合理	合理	合理	合理
Gp (Pd) =	2.332	1.832	1.523	1.623	1.785	1.236	1.364	1.336
	合理	合理	合理	合理	合理	合理	合理	合理
	最小值	$p=8$	1%: 3.270; 5%: 2.938					
G1 (Pt) =	1.252	1.355	1.526	1.463	1.625	1.662	1.822	1.321
	合理	合理	合理	合理	合理	合理	合理	合理
G1 (Pd) =	1.882	1.236	1.365	1.562	1.321	1.622	1.326	1.562
	合理	合理	合理	合理	合理	合理	合理	合理

表 46 格拉布斯检验结果（铈镍试金）

格拉布斯检验	最大值	$p=8$	1%: 3.270; 5%: 2.938			
Gp (Pt) =	2.856	2.135	1.956	1.843	2.085	2.201

	合理	合理	合理	合理	合理	合理
Gp (Pd) =	2.562	2.123	2.362	2.130	1.862	1.859
	合理	合理	合理	合理	合理	合理
Gp (Rh) =	2.763	2.048	1.259	1.932	1.586	1.852
	合理	合理	合理	合理	合理	合理
Gp (Ir) =	2.901	2.563	2.123	1.856	1.862	1.872
	合理	合理	合理	合理	合理	合理
Gp (Ru) =	2.687	2.048	2.586	1.589	1.471	1.985
	合理	合理	合理	合理	合理	合理
	最小值	$p=8$	1%: 3.270; 5%: 2.938			
G1 (Pt) =	2.623	1.859	1.962	1.365	1.950	2.136
	合理	合理	合理	合理	合理	合理
G1 (Pd) =	2.689	1.987	1.952	1.862	1.874	1.265
	合理	合理	合理	合理	合理	合理
G1 (Rh) =	2.563	2.236	1.985	2.159	2.047	1.652
	合理	合理	合理	合理	合理	合理
G1 (Ir) =	2.195	2.045	1.952	2.036	2.037	1.452
	合理	合理	合理	合理	合理	合理
G1 (Rh) =	2.908	2.852	2.032	1.852	1.567	1.952
	合理	合理	合理	合理	合理	合理

格拉布斯检验无离群值。

(3) 重复性限 r 和再现性限 R 的计算

重复性限 r 和再现性限 R 计算结果见下表。

表 47 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	1.31	20.68	36.42	88.40	131.5	324.2	572.2	858.0
w_{Pd}	17.58	286.2	898.3	2 721	5 709	12 358	14 037	22 378
r	1.94	29.24	95.00	310.87	583.4	1 117	1 316	1 815

表 48 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	3195	5 674	9 204
R	1.97	31.02	54.63	132.6	197.3	486.3	858.3	1 287
w_{Pd}	17.58	286.2	898.3	2 721	5 709	12 358	14 037	22 378
R	2.91	43.86	142.5	466.3	875.2	1 676	1 975	2 723

表 49 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	1.49	20.94	108.2	278.8	554.1	1 020
w_{Pd}	9.81	198.4	998.9	2 480	4 959	10 029
r	1.46	20.37	105.73	272.4	541.7	970.6
w_{Rh}	10.39	197.3	1 006	2 475	4 975	10 072
r	1.35	21.26	109.1	280.3	561.5	1 002
w_{Ir}	9.62	201.5	977.3	2 473	4 999	10 048
r	1.59	22.37	114.3	285.7	563.1	1 050
w_{Ru}	9.66	198.9	969.8	2 469	4 965	9 941
r	1.58	22.71	115.1	284.8	563.4	1 054

表 50 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	2.23	31.41	162.3	418.2	831.2	1 531
w_{Pd}	9.81	198.4	998.9	2 480	4 959	10 029
R	2.19	30.56	158.6	408.6	812.6	1 456
w_{Rh}	10.39	197.3	1 006	2 475	4 975	10 072
R	2.03	31.89	163.6	420.5	842.3	1 503
w_{Ir}	9.62	201.5	977.3	2 473	4 999	10 048
R	2.39	33.56	171.5	428.6	844.6	1 576
w_{Ru}	9.66	198.9	969.8	2 469	4 965	9 941
R	2.37	34.06	172.6	427.2	845.1	1 582

四、标准涉及专利说明

本标准不涉及专利。

五、产业化情况、推广应用论证和预期达到的经济效果等情况

近年来黄金行业在实际生产、加工、检测工作过程中，发现部分金精矿中含有可回收的铂族元素，随着铂族元素利用开发的不断增加与升级，黄金行业迫切需求铂族含量的检测方法，但目前无金精矿中

测定铂族元素的相关标准，以实现为黄金行业贸易有价元素计量、贵金属综合回收、工艺参数调整、方法过程论证等方面提供数据支持，对整个黄金行业的持续、高效、绿色发展有着重要意义。

本标准的制定和发布能有效地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标准支撑。

六、采用国际标准和国外先进标准情况，与国际、国外同类标准水平的对比情况，国内外关键指标对比分析与测试的国外样品、样机的相关数据对比情况

经检索查明：

- 1) 国内外尚无与本技术方法相关的标准，本方法为首次制定。
- 2) 本标准与现行相关法律法规、部门规章、国家产业政策无不协调问题。

本标准化文件技术内容科学合理、切实可行，标准的总体技术水平达到了国际先进水平。

七、与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系

本标准规定的内容，完全符合国家现行法律法规和强制性国家标准的要求。

八、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准在制定过程中未出现重大分歧意见。

九、作为强制性标准或推荐性标准的建议

建议本标准作为推荐性国家标准发布实施。

十、贯彻标准的要求和措施建议（包括组织措施、技术措施、过渡办法等内容）

建议本文件在批准发布 6 个月后实施。

本文件发布后，应向黄金行业生产单位进行宣贯，向所有从事黄金检测工作的相关人员推荐执行本文件。

十一、废止现行有关标准的建议

本标准为新制定标准，不涉及任何现行标准。

十二、其他应予说明的事项

12.1 标准名称变更

2023 年 12 月 1 日，《国家标准化管理委员会关于下达 2023 年第三批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知》（国标委发〔2023〕58 号）中计划号为 20231309-T-469《金精矿化学分析方法 第 15 部分：铂族元素的测定 镍钽试金-电感耦合等离子体质谱法》的推荐性国家标准制定任务，申请标准名称变更为《金精矿化学分析方法 第 15 部分：铂族元素量的测定》，原因如下：

变更后的《金精矿化学分析方法 第 15 部分：铂族元素量的测

定》分为方法一和方法二，提供了两种不同测定铂族元素量的检测方法，其中方法二囊括了变更前所涉及的全部内容。增加的方法一铅试金富集-电感耦合等离子体质谱仪测定铂、钯量使用的仪器和测定范围有所不同。

变更后两种方法为使用者提供了测定仪器的选择，具有更广的适用性和更强的实用性，其准确度和精密度均能满足测定要求，符合国家标准的协调性、系统性和适用性需求。2024年11月12日，经全国黄金标准化技术委员会在长沙组织召开的标准初审会上委员及委员代表共同讨论，表决同意变更该标准项目名称，待标准报批同时由全国黄金标准化技术委员会向国家标准委提出项目变更申请。

12.2 标准测定元素说明

本标准中铂族元素量的测定，包括方法一铂、钯量的测定和方法二铂、钯铑、铱、钌量的测定。由于钌的测定结果重复性和再现性较差，故在本标准铂族元素测定范围不纳入钌的测定，待将来技术进步方法成熟后再增加相关内容修订本标准。本意见已在行业内咨询部分专家和委员取得共识，后续将在标准技术审查期间，提请各位委员和行业专家研讨表决。