ICS 73.06

ICS 73.060

D 42

中华人民共和国工业和信息化部 发布

XXXX-XX-XX实施

XXXX-XX-XX发布

铜阳极泥分银渣化学分析方法

第2部分：铂量和钯量的测定

火试金富集-电感耦合等离子体

原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of silver separating residue from copper

 anode slime—

Part 2：Determination of platinum content and palladium content—

Fire assay collection-inductively coupled plasma atomic

emission spectrometric method

(预审稿)

YS/T XXXX.6-201X



中华人民共和国有色金属行业标准

前 言

YS/T XXXX-201X 《铜阳极泥分银渣化学分析方法》分为8个部分：

——第1部分: 金量和银量的测定 火试金法；

——第2部分: 铂量和钯量测定 火试金法富集-电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第3部分: 铅量的测定 Na2EDTA滴定法；

——第4部分: 锡量的测定 碘酸钾滴定法；

——第5部分: 铜量、锑量、铋量、硒量、碲量和锡量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第6部分: 铜量的测定 碘量法；

——第7部分: 锑量的测定 硫酸铈滴定法；

——第8部分: 铋量的测定 Na2EDTA滴定法。

本部分为YS/TXXXX-201X的第2部分。

本部分是按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草的。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本部分起草单位：北矿检测技术有限公司、浙江江铜富冶和鼎铜业有限公司

本部分参加起草单位：广东省工业分析检测中心、大冶有色设计研究院有限公司、山东阳谷祥光铜业有限公司、湖南有色金属研究院、中金岭南韶关冶炼厂、徐州北矿金属循环利用研究院、中国检验认证集团广西有限公司、中条山有色金属集团有限公司、郴州市金贵银业股份有限公司、铜陵有色金属集团控股有限公司、福建紫金矿冶测试技术有限公司、紫金铜业有限公司、江西铜业股份有限公司

本部分主要起草人：史博洋、刘秋波、王皓莹、陈小兰、叶志飞、谢辉、李四红、谭平生、黄祖飞、谢大伟、张忠祥、叶翠情、陈丽梅、谢明月、赖秋祥、曾衍强、赖承华（大冶、富冶、祥光、广西中检、铜陵有色、紫金矿业暂无人名）

铜阳极泥分银渣化学分析方法

第2部分：铂量和钯量的测定

火试金富集-电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本部分规定了铜阳极泥分银渣中铂量和钯量的测定方法。

本部分适用于铜阳极泥分银渣中铂量和钯量的测定。测定范围：铂1.00 g /t～45.00 g/t，钯1.00 g/t～65.00 g/t。

2 方法提要

试料与适量的熔剂熔融，以铅捕集铂、钯形成铅扣。其他杂质与熔剂生成易熔性熔渣，利用铅扣与熔渣的密度不同，使铅扣与熔渣分离，将铅扣灰吹，得到富含铂钯的金银合粒，合粒经王水溶解，用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定其中的铂量和钯量。

3 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二级水。

3.1 无水碳酸钠，工业纯，粉状。

3.2 氧化铅，工业纯，粉状。

3.3 二氧化硅，工业纯，粉状。

3.4 硼砂，工业纯，粉状。

3.5 氯化钠，工业纯，粉状。

3.6 淀粉，工业纯。

3.7 硝酸（ρ1.42g/mL），优级纯。

3.8 硝酸（1＋7）。

3.9 盐酸（ρ1.19g/mL）。

3.10 盐酸（1＋1）。

3.11 乙酸（ρ1.05g/mL）。

3.12 乙酸（1＋3）。

3.13 混合酸：3份盐酸（3.9）加1份硝酸（3.7）混合。

3.14 铂标准贮存溶液：称取0.1000g铂（*w*Pt≥99.99%）置于100mL烧杯中，加入2 mL硝酸（3.7）、6 mL盐酸（3.9），盖上表面皿，加热至完全溶解，蒸至近干，取下稍冷，加入20mL盐酸（3.10），用少量水冲洗杯壁及表面皿，煮沸至驱尽氮的氧化物，取下冷却。移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg铂。

3.15 钯标准贮存溶液：称取0.1000g钯（*w*Pd≥99.99%）置于100mL烧杯中，加入2 mL硝酸（3.7）、6 mL盐酸（3.9），盖上表面皿，加热至完全溶解，蒸至近干，取下稍冷，加入20mL盐酸（3.10），用少量水冲洗杯壁及表面皿，煮沸至驱尽氮的氧化物，取下冷却。移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg钯。

3.16 混合标准溶液：分别移取10.00mL铂标准贮存溶液（3.14）、10.00mL钯标准贮存溶液（3.15）于100mL容量瓶中，加入10mL盐酸（3.9），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL分别含100µg铂和钯。

4 仪器和设备

4.1 试金电炉：最高加热温度不低于 1350℃。

4.2 试金坩埚：材质为耐火粘土。

4.3 灰皿：顶部内径约 35 mm，底部外径约 40 mm，高约 30mm，深约 17 mm。

4.4 瓷坩埚：容积为 30 mL。

4.5 铸铁模。

4.6电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

——在仪器的最佳工作条件下，用最低浓度的标准溶液（不是“零”浓度标准溶液）测量11次，各元素光谱强度的相对标准偏差不超过2.5%。

——各元素推荐的分析谱线见表1。

表1 分析谱线推荐波长

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 元素 | Pt | Pd |
| 波长/nm | 214.424 | 340.458 |

5 试样

试样粒度应不大于0.096mm。试样应在100℃~105℃烘1h后置于干燥器中，冷却至室温。

6 分析步骤

6.1 试料

称取5.0g试样，精确至0.0001g。

6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

6.3 试金

6.3.1 配料

各项熔剂按表2进行配料。

表2 配料表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 熔剂组分 | 碳酸钠 | 氧化铅 | 二氧化硅 | 硼砂 | 淀粉 |
| 质量/g | 20 | 80 | 7.5 | 10 | 3.0 |

将试料（6.1）及上述配料置于试金坩埚（4.2）中，加入20mg银，搅拌均匀，覆盖约10 mm厚的氯化钠（3.5）。

6.3.2 熔融

将坩埚置于950℃的试金电炉（4.1）中，关闭炉门。在45min~60 min内升温至1100℃，保温5min后出炉。将坩埚平稳地旋动数次，并在铁板上轻轻敲击2~3下，小心将熔融物倒入已预热过且涂有深层机油的铁模中。冷却后使铅扣与熔渣分离，将铅扣捶成立方体。

6.3.3 灰吹

将铅扣置于已在900℃试金炉中预热20min的灰皿中，关闭炉门1 min ~2 min，待熔铅脱膜后，稍开炉门，同时控制炉温在880℃左右进行灰吹，当合粒出现光辉点，灰吹即告结束，将灰皿移至炉门处，放置lmin。取出稍冷。

6.3.4 分金

用镊子取出合粒，置于瓷坩埚（4.4）中，加入10mL乙酸（3.12），加热微沸3 min ~5 min，洗涤至合粒表面无附着物。用倾泻法倾出溶液，用温水冲洗合粒3次，洗涤液弃去，将瓷坩埚烤干，取下，冷却至室温。

将合粒压成薄片，置于瓷坩埚（4.4）中，加入15mL～20 mL热硝酸（3.8），于低温电热板上加热，保持近沸，使银溶解。待反应停止后继续加热5min~10min，取下，小心倾出溶液于100mL烧杯中，用水洗涤坩埚3次，洗涤液并于分金溶液中，待用。

加入10mL混合酸（3.13）于瓷坩埚中（4.4），加热保持近沸，继续溶解不溶物，至反应停止。将溶液并入含有分金液的100mL烧杯中，用水洗涤瓷坩埚（4.4）2～3次,洗涤液并入分金溶液中。

6.3.5分金溶液的处理

将盛有分金溶液的烧杯置于电热板上，低温加热至体积约3 mL，取下，稍冷，加入2mL盐酸（3.10），盖上表面皿，加热微沸，取下冷却至室温，将溶液与沉淀移入25mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。静置至溶液澄清。

6.4 测定

6.4.1 工作曲线的绘制

分别移取0 mL、0.20mL、1.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL混合标准溶液（3.16），于一组100mL的容量瓶中，加入10mL混合酸（3.13），用水稀释至刻度，混匀。

在最佳仪器工作条件下，于选定的各元素的波长处，测定钯、铂元素的发射强度，减去标准系列溶液中“零”浓度溶液的强度，以钯、铂元素的质量浓度为横坐标，发射强度为纵坐标，绘制工作曲线。

6.4.2 测定

在电感耦合等离子体发射光谱仪最佳工作条件下，测定分金溶液（6.3.5)中钯、铂元素的发射强度。分别从工作曲线上查出各元素相应的质量浓度。

7 分析结果的计算

铂量和钯量以铂、钯的质量分数*w*Pt、*w*Pd计，数值以g/t表示，按公式（1）、（2）分别计算：

…………………………………………（1）

…………………………………………（2）

式中：

*ρ*1——分金液中铂的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

*ρ*2——分金液中钯的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

*ρ*3——空白试验中铂的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

*ρ*4——空白试验中钯的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

*m*——试料质量，单位为克（g）；

*V*——分金液定容体积，单位为毫升（mL）。

计算结果表示至小数点后2位。

8 精密度

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：

表3重复性限

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Pt /(g/t) | 1.40 | 5.33 | 9.68 | 14.89 | 25.37 | 46.64 |
| *r*/(g/t) | 0.15 | 0.48 | 0.72 | 0.75 | 1.65 | 2.07 |
| *w*Pd /(g/t) | 1.36 | 3.93 | 9.76 | 15.64 | 28.47 | 63.75 |
| *r*/(g/t) | 0.16 | 0.27 | 0.61 | 0.73 | 0.87 | 2.72 |

8.2 再现性

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现性限（*R*），超过重现性限（*R*）的情况不超过，重现性限（*R*）按表4数据采用线性内插法求得：

表4再现性限

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Pt /(g/t) | 1.40 | 5.33 | 9.68 | 14.89 | 25.37 | 46.64 |
| *R*/(g/t) | 0.27 | 0.57 | 0.79 | 1.11 | 2.07 | 3.98 |
| *w*Pd /(g/t) | 1.36 | 3.93 | 9.76 | 15.64 | 28.47 | 63.75 |
| *R*/(g/t) | 0.38 | 0.44 | 0.91 | 1.06 | 1.80 | 4.15 |

9 试验报告

试验报告至少给出以下几个方面的内容：

——试样；

——使用的标准（YS/T xxxx.6-201x）；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——测定中观察到的异常现象；

——试验日期。