有色金属行业标准

镍精矿化学分析方法

第6部分：金、铂和钯含量的测定

火试金富集-电感耦合等离子体原子发射光谱法

编制说明

金川集团股份有限公司

镍精矿化学分析方法

第6部分：金、铂和钯含量的测定

火试金富集-电感耦合等离子体原子发射光谱法

编制说明

一、工作简况

**1.1方法概况**

**1.1.1 项目的必要性**

目前，全球已探明的镍储量约为1.6亿吨，其中硫化矿约占30%，红土镍矿约占70%。由于硫化镍矿资源品质好，工艺技术成熟，现约60%的镍产量来源于硫化镍矿，我国的消费量约占世界总消费量40%以上，为世界镍消费第一大国。镍精矿是硫化镍矿通过选矿方法浮选过滤得到。仅金川集团股份有限公司2017年所用国内外镍精矿就有近50万吨，金铂钯合计约2000Kg，总价值在亿元以上。目前关于镍精矿的分析标准无国际标准，有色行业标准则包含两个相关系列标准：《镍精矿、钴硫精矿化学分析方法》YS/T 472-2005和《镍精矿化学分析方法》YS/T 341.1~.3-2006、YS/T 341.4-2016，检测的项目为铅、砷、铬、镉、汞和镍、铜、氧化镁、锌。金铂钯作为镍精矿的主要伴生计价元素，在贸易中基本采用各企业自己的分析方法检测，时常发生纠纷。因此，迫切需要建立相关标准以准确测定镍精矿中金、铂、钯的含量，该标准的建立不仅可以填补该领域研究的空白，更重要的是可以有效解决贸易纠纷，必将对今后的进出口贸易带来很好的经济效益和社会效益

**1.1.2 适用范围**

本标准适用于镍精矿中金、铂、钯含量的测定。测定范围：金0.5 g/t～10 g/t；铂0.5 g/t～20 g/t；钯0. 5 g/t～30 g/t 。

**1.1.3 可行性**

金川集团股份有限公司是中国的镍钴生产基地、铂族金属提炼中心和国内第三大铜生产企业，其中的主产品电解镍产量达1４万吨以上，金铂钯等铂族贵金属产量近2000公斤， 广泛应用于电力电气、机械制造、航空航天、电子电池及军事国防等国民经济重要领域。承担集团公司最终产品及各类外购原料检测的检测中心，取得了17025国家认可实验室、甘肃省强制检定计量器具专项计量授权等资质，拥有火试金炉、ICP-MS、ICP-AES、直读光谱仪、X-荧光光谱仪、原子吸收光谱仪、原子荧光光谱仪等诸多国内外先进的检测仪器，项目成员多次参与国家标准、ISO标准、有色行业标准的起草、验证等工作，其中现行的YS/T341.1~.5《镍精矿化学分析方法》就是金川集团股份有限公司负责起草，具有丰富的方法研究经验。

镍精矿作为生产电解镍和富集金铂钯等贵金属的主要原料，本标准的建立能对企业在镍精矿的后续生产及市场贸易提供有力的指导，国内相关科研院所和企业都积极参与该标准的制定。

**1.1.4 要解决的主要问题**

金、铂、钯是镍精矿物料中主要的伴生计价元素，目前国内外没有统一的镍精矿中金、铂、钯检测的化学分析标准，生产企业和贸易双方基本采用自己的方法检测其含量，由于镍精矿样品中镍、铜、铁与硫的化合状态较复杂，部分样品镍铜合量达到15%以上，金、铂、钯分析难度较大，导致贸易结算时常有争议出现，即便是找仲裁单位检测，也存在没有统一的、被行业认可的标准方法可采用的问题。

通过镍精矿试料量的选择及火试金配料的优选，贵金属合粒的溶解方式以及金铂钯测定条件的优化等条件试验，研究建立准确测定镍精矿中金、铂、钯的分析标准，提供一个能够被行业认可的统一的分析标准，对企业在镍精矿的后续生产及市场贸易提供有力的指导。

**1.2任务来源**

根据工信厅科函[2019] 126号下达的有色行业标准项目计划，2019年10月29日～31日，全国有色金属标准化技术委员会在山东省泰安市召开了有色金属标准工作会议，来自全国有色金属标准化技术委员会、北矿检测技术有限公司等51家单位的100余名代表参加了会议，落实了标准计划项目的进度安排和分工。依据全国有色金属标准化技术委员会“关于印发《铅精矿化学分析方法》等11项标准任务落实会会议纪要的通知”（有色标秘[2019] 115号的会议精神，确定《镍精矿化学分析方法 第6部分：金、铂和钯含量的测定 火试金富集-电感耦合等离子体原子发射光谱法》由金川集团股份有限公司负责起草，项目计划编号：2019-0409T-YS，项目计划完成时间为2020年。

本标准的协同起草单位有北矿检测技术有限公司、广东省工业分析检测中心、南通海关综合技术中心、长沙矿冶研究院有限责任公司、兰州海关技术中心、山东恒邦冶炼股份有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、中国检验认证集团广西有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、大冶有色设计研究院有限公司、连云港海关综合技术中心。

**1.3本标准编制单位、起草人及所做工作**

本标准由金川集团股份有限公司负责起草，主要起草人为吕庆成、喻生洁、杨红玉、王小荣，喻生洁负责技术思路及实施方案、资料检索、技术参数的确定及标准条款的编写等工作；吕庆成负责镍验证样品的收集、配制和实验报告的撰写等工作；杨红玉、王小荣负责方案的实施。

本部分参加起草单位的人员有：……………………………………。

**1.4 主要工作过程**

**1.4.1工作分工**

依据2019年10月29日～31日，全国有色金属标准化技术委员会在山东省泰安市召开了有色金属标准工作会议的会议纪要安排，确定了本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。由金川集团股份有限公司负责起草；北矿检测技术有限公司、广东省工业分析检测中心、南通海关综合技术中心、长沙矿冶研究院有限责任公司为一验单位；兰州海关技术中心、山东恒邦冶炼股份有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、中国检验认证集团广西有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、大冶有色设计研究院有限公司、连云港海关综合技术中心为二验单位。

金川集团股份有限公司负责提供样品。

**1.4.2 标准起草过程**

1.4.2.1 依据近几年以来镍精矿中金铂钯的含量情况，确定待测元素上限略高于最高含量，以贸易结算的最低含量1g/t为测定下限，经任务落实会议中各参会单位讨论，确定镍精矿中各元素的测定范围为金0.5 g/t～10 g/t；铂0.5 g/t ~20 g/t；钯0.5 g/t～30 g/t。

1.4.2.2 起草单位金川集团股份有限公司展开了所负责方法的研究工作，包括文献查询、实验方案的确定，根据实验方案，开展该标准方法的火试金分离富集配料的优化、贵金属合粒的溶解方法、二次试金补正的试验，依据得到的待测试液介质和含量，进行ICP-AES测定金铂钯的仪器条件优化、检出限、共存元素干扰等试验，并对验证样品按拟定的方法考察了分析结果的准确度和精密度。

1.4.2.3 各项试验内容完成后，于2020年2月底形成实验报告和标准文本，随即将验证样品、实验报告和标准讨论稿交与各参加起草单位开展验证工作。

1.4.2.4 各实验室先后于2020年5月底全部完成验证工作，负责起草单位金川集团股份有限公司对验证数据开展统计整理。

**1.4.3验证单位提出的意见和建议**

1.4.3.1广东省工业分析检测中心

建议称取10g试样，15g试样二次试金容易溢出，不好操作。——不采纳：由于镍精矿贸易结算≥1g/t计价，所以在试验选定的条件下选择最大的称样量，以更好的保证1g/t左右金铂钯分析结果的准确度。

1.4.3.2北矿检测技术有限公司

二次试金是否有必要？在此方法范围内，二次试金回收的金、铂、钯量普遍很小，部分样品的二次试金甚至检测不到，或是与试剂空白接近。不建议这么微小的量进行二次试金。——采纳，取消二次试金。

1.4.3.3长沙矿冶研究院股份有限公司

1）镍对铅试金干扰较大，15g试样太多，建议称10g试样。——不采纳：原因同1.4.3.1。

2）当盐酸的加入量为10mL时足以使合粒中的银形成氯离子效应而溶解，加入40mL盐酸过多，造成溶解合粒的时间过长。——采纳，由于二次试金取消，试金合粒中的银量减少近半，改为20mL盐酸。

3）在一次试金的回收率试验中，本次数据与试验提供数据不一致，建议补充试验。——不采纳。由于金铂钯含量较低，已采纳取消二次试金的意见，且其他实验室二次试金回收率较好。

1.4.3.4深圳市中金岭南有色金属股份有限公司

1）按照检测范围高低划个界限，低于x g/t/吨的样品做一次试金。——采纳，取消二次试金。

2）文本中“2 方法提要”最后一句有误，应为“于电感耦合等离子发射谱仪上测定金、铂和钯的含量。”——采纳并已修改。

3）建议文本试验步骤中注明一次试金时使用骨灰灰皿，有利于二次试金熔样造渣。二次试验金使用镁砂灰皿。——不采纳，由于金铂钯含量较低，已采纳取消二次试金的意见。

5）计算公式中m0怎么得来的，没写明。是否直接写“ρx-ρ0”更直接？——采纳，已修改。；

6）工作曲线，钯最高为10μg/ml，样品测定范围最高为18 μg/ml，工作曲线没有覆盖测定范围，建议3.15 混合标准溶液钯铂浓度可稍大点或者其他措施。——采纳，在标准文本6.4.6加入：“表2 试样的分取体积”条款，对样品测定时含量大于15g/t的做了分取规定。

1.4.3.5中国检验认证集团广西有限公司

1）建议将工作曲线拓宽，低浓度样品、高浓度样品均不落在工作曲线上，建议工作曲线为0.10、0.50、1.00、2.50、5.00、10.00、20mg/L。——采纳，在标准文本6.4.6加入：“表2试样的分取体积”条款，对样品测定时含量大于15g/t的做了分取规定。

2）实验发现，灰吹的合粒不够亮不够好，建议增加灰吹的温度条件试验。——采纳，经试验，在880℃、900℃、920℃灰吹，数据如下表。

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 灰吹温度，℃ | 4#样品分析结果，g/t | | | 6#样品分析结果，g/t | | |
| Au | Pd | Pt | Au | Pd | Pt |
| 880 | 7.14、6.59 | 22.23、21.78 | 16.72、17.47 | 0.66、0.69 | 0.86、0.81 | 1.34、1.27 |
| 900 | 6.61、7.06 | 22.13、21.65 | 17.37、17.12 | 0.56、0.67 | 0.76、0.86 | 1.29、1.54 |
| 920 | 6.96、7.34 | 21.75、22.26 | 17.05、16.75 | 0.76、0.60 | 0.87、0.81 | 1.39、1.31 |

由实验结果可知，金铂钯的分析结果无显著影响。但是试验中发现，在不同的试金炉中进行灰吹，发现保温性能略差的炉子在880℃灰吹后的合粒确实存在不够亮的现象，因此，将灰吹温度确定为900~920℃。

3）建议二次试金的熔样温度提高100℃，以确保熔样效果。——不采纳，由于金铂钯含量较低，已采纳取消二次试金的意见。

4）在合粒溶解时，建议用100mL烧杯，烧杯越大，冲洗时体积越多，不容易控制到25mL。——采纳。

1.4.3.6山东恒邦冶炼股份有限公司

1）镍精矿中金、铂、钯含量较低，建议将6.4.4“二次试金补正”删除。——采纳。

2）6.4.5“加入40ml盐酸（3.8）”，酸量过多导致溶样时间过长，鉴于样品含银量不高，建议加入15-20ml盐酸即可。——采纳：盐酸用量改为20mL。3）6.4.5“加入盐酸后继续加热蒸发至干”表述不够清楚，建议更改为“继续加热蒸发至剩余3~5ml”。——采纳：改为加热至湿盐状。

4）根据测定范围可得出工作曲线浓度范围为0.30μg/mL～18.00μg/mL，而1.4中工作曲线的绘制中工作曲线浓度范围为0.50μg/mL～10.00μg/mL，部分样品浓度超出了配制的工作曲线范围。建议定调整工作曲线上下限。——采纳，在标准文本6.4.6加入：“表2 试样的分取体积”条款，对样品测定时的分取做了规定。

1.4.3.7大冶有色设计研究院有限公司

1）溶解合粒时加入40mL盐酸（1.1.8），是否可减少盐酸加入体积。采纳：

2）溶解合粒过程中，继续加热蒸发至干，容易造成溶液溅到杯壁，建议改成继续加热至湿盐状。采纳。

3）2#镍精矿中的Pd的测定超过了标准曲线的上限，建议超限的进50mL容量瓶。——采纳，在标准文本6.4.6加入：“表1 试样的分取体积”条款，对样品测定时的分取做了规定。

1.4.3.8中国有色桂林矿产地质研究院有限公司

部分含镍量较高的样品，在试金过程中会有一定量的镍进入铅扣，影响灰吹。建议在试金前焙烧样品进行一次碲共沉淀富集，以除去样品中大部分贱金属杂质。——不采纳，在满足准确度的前提下，制定标准应应以操作简单、节约高效为原则。

**1.4.4 预审会议提出的意见和建议**

2021年1月12日～13日，全国有色金属标准化技术委员会在海南省琼海市召开了“镍精矿化学分析方法等系列行业标准”预审会会议。来自全国的有色金属标准化技术委员会、金川集团股份有限公司、北矿检测技术有限公司等xx家单位的xx名代表参加了会议，会议对标准征求意见稿进行了认真讨论和审核，并安排了该标准的文本修改意见及后续工作。具体情况如下：

1）

2）

……

**1.4.5 审定会议提出的意见和建议**

**二、 标准编写原则和编写格式**

本标准是根据GB/T1.1-2009《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。

按照GB/T 6379.2-2004 《测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法 》确定方法的重现性和再现性。

**三、标准主要内容的确定依据**

**3.1主要实验内容**

**3.1.1 分析范围的确定**

根据实际生产中镍精矿样品中金铂钯品位波动范围，确定金铂钯的测定范围分别为金0.5 g/t～10 g/t；铂0.5 g/t～20 g/t；钯0. 5 g/t～30 g/t 。

**3.1.2仪器工作条件的选择**

考察了所用仪器的射频发生器功率、雾化气流量、等离子气流量、进液泵速对被测元素谱线发射强度的影响，确定了金、铂、钯各元素在电感耦合等离子体光谱仪上分析的谱线Au：267.595nm 、Pt：265.945nm、 Pd：340.458nm。

**3.1.3测定条件的确定**

考察酸度对金、铂、钯测定的影响，选择测定体系为10%王水介质。对试剂空白进行11次连续测定，计算其标准偏差，以10倍的标准偏差为测定下限Au：0.009μg/mL、Pt：0.020μg/mL、Pd：0.010μg/mL，方法测定下限能满足方法标准要求。考察了试金合粒中可能含有的银、镍、铜、铅等共存元素对测定金、铂、钯的影响，均不干扰金、铂、钯的测定。

**3.1.4称样量选择和火试金配料方案的确定**

随着称样量的增大，进入铅扣中镍量随之增大，给后续的渣扣分离和灰吹都会带来影响，渣扣分离不好，铅扣发硬，灰吹脱皮不好，进而可能造成金、铂、钯损失。所以采用直接火试金法就需尽可能降低称样量，根据镍精矿中金、铂、钯的含量，为了满足镍精矿贸易结算时对分析下限的需要，本实验选择称样量为15g。

针对镍精矿样品中镍、铜、铁与硫的含量和化合状态，选择硝石法进行火试金配料，选择熔渣流动性较好的0.75硅酸度，加大氧化铅用量、加入较多的硼砂代替一部分二氧化硅，使酸性更强的三氧化硼与本来难以和二氧化硅生成硅酸盐的氧化镍、氧化铁生成相应的硼酸盐，避免镍进入铅扣中。

**3.1.5 二次试金试验**

根据实验数据，样品中金、铂、钯等贵金属元素的一次试金回收率在94~99%之间，但在该方法范围内，依据多家验证单位的试验数据，二次试金回收的普遍很小，部分样品的二次试金甚至检测不到，或是与试剂空白接近，二次试金回收的金、铂、钯量不影响贸易，建议无需进行二次试金。

**3.2样品加标回收率**

起草单位金川集团股份有限公司与各第一验证单位对方法的准确度进行了考察，样品中金铂钯的加标回收率分别为：金川集团股份有限公司：97.2%～104.5%、94.9~104.0%、97.1%～102.7%之间，广东省工业分析检测中心：96.3%～99.3%、98.7%～101.3%、98.5%~100.6%之间，南通海关综合技术中心：98.2%～102.5%、97.7%～102.1%、97.8~101.6%之间，长沙矿冶研究院股份有限公司：96.67%～99.13%、97.05~99.41%、96.88%～99.67%之间，北矿检测技术有限公司：95.9%～106.1%、95.6%~106.9%、92.0%～102.7%之间，满足镍精矿中金铂钯分析的要求。

**3.3重复性和再现性**

对5个测定金铂钯含量的镍精矿验证样品，13个实验室进行了协同试验，其中测定金的样品中，水平1和3的2个样品含量均在0.8g/t左右，因此选择更接近于测定下限的水平1样品进行统计。各实验室对每个水平报告了5~11个试验结果。根据国家标准GB/T 6379.2-2004确定标准测量方法的重复性和再现性的基本方法（ISO 5725-2：1994，IDT）的规定，对收到的全部数据进行了统计分析。平均值及标准偏差见表1-Au、表1-Pt、表1-Pd。

表1-Au 平均值及标准偏差 g/t

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室*i* No. | | 结果 | 水平 j | | | |
| 1# | 2# | 4# | 5# |
| 金川公司 | 1 | 均值 | 0.78 | 1.99 | 7.12 | 8.37 |
| SD | 0.074 | 0.147 | 0.343 | 0.342 |
| n | 11 | 11 | 11 | 11 |
| 北矿院 | 2 | 均值 | 0.82 | 1.95 | 6.99 | 8.06 |
| SD | 0.060 | 0.062 | 0.595 | 0.170 |
| n | 7 | 7 | 7 | 7 |
| 中检广西 | 3 | 均值 | 0.831 | 1.968 | 7.766 | 9.048 |
| SD | 0.087 | 0.14 | 0.31 | 0.17 |
| n | 7 | 7 | 7 | 7 |
| 南通 | 4 | 均值 | 0.788 | 1.993 | 7.087 | 8.426 |
| SD | 0.05 | 0.10 | 0.21 | 0.39 |
| n | 11.00 | 11.00 | 11.00 | 11.00 |
| 紫金矿业集团股份有限公司 | 5 | 均值 | 0.761 | 2.006 | 7.297 | 8.799 |
| SD | 0.052 | 0.109 | 0.310 | 0.198 |
| n | 7.00 | 7.00 | 7.00 | 7.00 |
| 山东恒邦冶炼 | 6 | 均值 | 0.79 | 2.05 | 7.16 | 8.54 |
| SD | 0.044 | 0.158 | 0.223 | 0.353 |
| n | 7.00 | 7.00 | 7.00 | 7.00 |
| 中金岭南 | 7 | 均值 | 0.78 | 1.88 | 6.99 | 8.31 |
| SD | 0.042 | 0.045 | 0.111 | 0.178 |
| n | 7.00 | 7.00 | 7.00 | 7.00 |
| 连云港 | 8 | 均值 | 0.82 | 2.01 | 7.14 | 8.57 |
| SD | 0.049 | 0.099 | 0.128 | 0.152 |
| n | 7.00 | 7.00 | 7.00 | 7.00 |
| 兰州海关 | 9 | 均值 | 0.81 | 2.05 | 7.50 | 8.49 |
| SD | 0.048 | 0.171 | 0.292 | 0.688 |
| n | 7 | 7 | 7 | 7 |
| 大冶 | 10 | 均值 | 0.78 | 1.88 | 6.91 | 7.92 |
| SD | 0.012 | 0.027 | 0.211 | 0.241 |
| n | 6 | 6 | 6 | 6 |
| 长沙矿冶研究院有限责任公司 | 11 | 均值 | 0.80 | 2.06 | 7.13 | 8.37 |
| SD | 0.055 | 0.040 | 0.063 | 0.150 |
| n | 5 | 5 | 5 | 5 |
| 广州工业分析检测中心 | 12 | 均值 | 0.78 | 2.02 | 7.09 | 8.22 |
| SD | 0.064 | 0.088 | 0.35 | 0.40 |
| n | 7 | 7 | 7 | 7 |
| 中国有色桂林矿产地质研究院有限公司 | 13 | 均值 | 0.81 | 2.04 | 6.62 | 8.20 |
| SD | 0.060 | 0.118 | 0.260 | 0.219 |
| n | 7.00 | 7.00 | 7.00 | 7.00 |

表1-Pt 平均值及标准偏差 g/t

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室*i* No. | | 结果 | 水平 j | | | | |
| 1# | 2# | 3# | 4# | 5# |
| 金川公司 | 1 | 均值 | 0.63 | 9.27 | 1.87 | 17.13 | 4.45 |
| SD | 0.028 | 0.25 | 0.12 | 0.55 | 0.29 |
| n | 11 | 11 | 11 | 11 | 11 |
| 北矿院 | 2 | 均值 | 0.64 | 8.71 | 1.82 | 17.14 | 4.36 |
| SD | 0.05 | 0.33 | 0.15 | 0.59 | 0.14 |
| n | 11 | 11 | 11 | 11 | 11 |
| 中检广西 | 3 | 均值 | 0.58 | 8.94 | 1.83 | 17.59 | 4.42 |
| SD | 0.05 | 0.19 | 0.17 | 0.47 | 0.15 |
| n | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 |
| 南通 | 4 | 均值 | 0.62 | 9.15 | 1.94 | 17.20 | 4.78 |
| SD | 0.05 | 0.29 | 0.10 | 0.44 | 0.30 |
| n | 11 | 11 | 11 | 11 | 11 |
| 紫金矿业集团股份有限公司 | 5 | 均值 | 0.65 | 8.98 | 1.86 | 17.01 | 4.69 |
| SD | 0.04 | 0.21 | 0.14 | 0.42 | 0.09 |
| n | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 |
| 山东恒邦冶炼 | 6 | 均值 | 0.63 | 9.42 | 1.85 | 17.80 | 4.49 |
| SD | 0.03 | 0.20 | 0.19 | 0.15 | 0.15 |
| n | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 |
| 中金岭南 | 7 | 均值 | 0.62 | 9.18 | 1.82 | 17.68 | 4.75 |
| SD | 0.03 | 0.17 | 0.04 | 0.28 | 0.10 |
| n | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 |
| 连云港 | 8 | 均值 | 0.66 | 9.43 | 1.84 | 17.94 | 4.64 |
| SD | 0.03 | 0.31 | 0.14 | 0.47 | 0.40 |
| n | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 |
| 兰州海关 | 9 | 均值 | 0.62 | 9.49 | 1.73 | 18.28 | 4.37 |
| SD | 0.03 | 0.27 | 0.15 | 0.48 | 0.33 |
| n | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 |
| 大冶 | 10 | 均值 | 0.59 | 8.80 | 1.89 | 16.89 | 4.41 |
| SD | 0.02 | 0.15 | 0.09 | 0.25 | 0.12 |
| n | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 |
| 长沙矿冶研究院有限责任公司 | 11 | 均值 | 0.64 | 9.53 | 1.79 | 17.22 | 4.55 |
| SD | 0.03 | 0.44 | 0.073 | 0.15 | 0.35 |
| n | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 |
| 广州工业分析检测中心 | 12 | 均值 | 0.58 | 8.26 | 1.79 | 17.07 | 4.32 |
| SD | 0.05 | 0.38 | 0.10 | 0.95 | 0.28 |
| n | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 |
| 中国有色桂林矿产地质研究院有限公司 | 13 | 均值 | 0.60 | 9.36 | 1.80 | 16.87 | 4.40 |
| SD | 0.04 | 0.28 | 0.09 | 0.49 | 0.19 |
| n | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 |

表1-Pd 平均值及标准偏差 g/t

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室*i* No. | | 结果 | 水平 j | | | | |
| 1# | 2# | 3# | 4# | 5# |
| 金川公司 | 1 | 均值 | 2.54 | 25.74 | 0.59 | 22.00 | 10.23 |
| SD | 0.09 | 0.50 | 0.05 | 0.50 | 0.46 |
| n | 11 | 11 | 11 | 11 | 11 |
| 北矿院 | 2 | 均值 | 2.71 | 25.81 | 0.67 | 22.64 | 10.79 |
| SD | 0.07 | 0.96 | 0.04 | 0.37 | 0.48 |
| n | 11 | 11 | 11 | 11 | 11 |
| 中检广西 | 3 | 均值 | 2.39 | 25.18 | 0.61 | 22.60 | 10.41 |
| SD | 0.09 | 0.64 | 0.04 | 0.36 | 0.23 |
| n | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 |
| 南通 | 4 | 均值 | 2.53 | 25.86 | 0.64 | 22.13 | 10.27 |
| SD | 0.10 | 0.35 | 0.05 | 0.42 | 0.71 |
| n | 11.00 | 11.00 | 11.00 | 11.00 | 11.00 |
| 紫金矿业集团股份有限公司 | 5 | 均值 | 2.71 | 26.02 | 0.63 | 21.67 | 11.09 |
| SD | 0.04 | 0.52 | 0.02 | 0.49 | 0.11 |
| n | 7.00 | 7.00 | 7.00 | 7.00 | 7.00 |
| 山东恒邦冶炼 | 6 | 均值 | 2.66 | 27.47 | 0.66 | 23.17 | 10.78 |
| SD | 0.102 | 0.82 | 0.04 | 0.39 | 0.27 |
| n | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 |
| 中金岭南 | 7 | 均值 | 2.48 | 24.69 | 0.62 | 21.18 | 10.05 |
| SD | 0.05 | 0.32 | 0.02 | 0.21 | 0.17 |
| n | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 |
| 连云港 | 8 | 均值 | 2.6671 | 26.45 | 0.66 | 22.20 | 10.83 |
| SD | 0.0541 | 0.682 | 0.012 | 0.460 | 0.647 |
| n | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 |
| 兰州海关 | 9 | 均值 | 2.57 | 27.02 | 0.62 | 22.99 | 10.37 |
| SD | 0.06 | 0.44 | 0.03 | 0.61 | 0.81 |
| n | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 |
| 大冶 | 10 | 均值 | 2.55 | 25.54 | 0.65 | 21.75 | 10.03 |
| SD | 0.02 | 0.40 | 0.03 | 0.32 | 0.19 |
| n | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 |
| 长沙矿冶研究院有限责任公司 | 11 | 均值 | 2.60 | 25.88 | 0.61 | 22.67 | 10.28 |
| SD | 0.068 | 0.22 | 0.041 | 0.49 | 0.21 |
| n | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 |
| 广州工业分析检测中心 | 12 | 均值 | 2.56 | 24.90 | 0.65 | 22.08 | 10.11 |
| SD | 0.07 | 0.75 | 0.03 | 0.64 | 0.42 |
| n | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 |
| 中国有色桂林矿产地质研究院有限公司 | 13 | 均值 | 2.53 | 25.94 | 0.60 | 21.94 | 10.45 |
| SD | 0.08 | 0.66 | 0.03 | 1.07 | 0.45 |
| n | 7.00 | 7.00 | 7.00 | 7.00 | 7.00 |

**3.3.1 实验室内数据的检验**

对各实验室内每个水平的数据进行格拉布斯检验，防止一个实验室内较高的变异来自某一个数据。各实验室精密度原始数据见实验报告和验证报告。检验结果为：

金的精密度数据经检验，中检广西在水平1的最大值1.013为岐离值，予以保留；桂林矿产在水平3的最小值0.72为岐离值，予以保留。

铂的精密度数据经检验，金川集团在水平2的最小值8.67为岐离值，予以保留；山东恒邦冶炼厂在水平1最大值0.69为岐离值，予以保留；中金岭南在水平5的最大值4.95为岐离值，予以保留；广州工业检测中心在水平4的最大值19.10为离群值，删除；连云港在水平5，最小两个值3.91和4.23为离群值，删除。

钯的精密度数据经检验，连云港在水平1的最小值2.55和水平5的最小值9.38为离群值，删除；中检广西在水平3的最小值0.530为岐离值，予以保留；长沙矿冶院在水平5的最大值10.65为离群值，删除。

**3.3.2 柯克伦检验**

对各实验室内每个水平的标准偏差s进行柯克伦检验，离群值用\*\*标出、岐离值用\*标出。各实验室提供的数据有5次（1家）、6次（1家）、7次（8家）和11次（3家），因GB/T 6379.2-2004只提供到n=6的C临界值，因此采用C临界值为n=6，p=16，1%为0.246，5%为0.208进行检验。检验结果见表2-Au、表2-Pt、表2-Pd。

表2-Au 柯克伦检验结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室 | | No. i | 水平1 | | 水平2 | | 水平4 | | 水平5 | |
| sij | nij | sij | nij | sij | nij | sij | nij |
| 各实验室测定结果标准偏差 | 金川集团 | 1 | 0.074 | 11 | 0.15 | 11 | 0.34 | 11 | 0.34 | 11 |
| 北矿院 | 2 | 0.060 | 11 | 0.06 | 11 | **0.60\*\*** | 11 | 0.17 | 11 |
| 中检广西 | 3 | 0.087 | 7 | 0.14 | 7 | 0.31 | 7 | 0.17 | 7 |
| 南通 | 4 | 0.049 | 11 | 0.10 | 11 | 0.21 | 11 | 0.39 | 11 |
| 紫金矿业 | 5 | 0.052 | 7 | 0.11 | 7 | 0.31 | 7 | 0.20 | 7 |
| 山东恒邦 | 6 | 0.044 | 7 | 0.16 | 7 | 0.22 | 7 | 0.35 | 7 |
| 中金岭南 | 7 | 0.042 | 7 | 0.05 | 7 | 0.11 | 7 | 0.18 | 7 |
| 连云港 | 8 | 0.049 | 7 | 0.10 | 7 | 0.13 | 7 | 0.15 | 7 |
| 兰州海关 | 9 | 0.048 | 7 | 0.17 | 7 | 0.29 | 7 | **0.69\*\*** | 7 |
| 大冶 | 10 | 0.012 | 6 | 0.03 | 6 | 0.21 | 6 | 0.24 | 6 |
| 长沙矿冶 | 11 | 0.055 | 5 | 0.04 | 5 | 0.06 | 5 | 0.15 | 5 |
| 广州检测 | 12 | 0.064 | 7 | 0.09 | 7 | 0.35 | 6 | 0.40 | 7 |
| 桂林矿产 | 13 | 0.060 | 7 | 0.12 | 7 | 0.26 | 7 | 0.22 | 7 |
| max（s） | | | 0.087 | | 0.171 | | **0.60** | | **0.69** | |
| max（s2） | | | 0.008 | | 0.029 | | 0.355 | | 0.474 | |
| S2的和 | | | 0.041 | | 0.159 | | 1.109 | | 1.311 | |
| C | | | 0.185 | | 0.184 | | **0.320** | | **0.361** | |

金的检验结果表明：水平4，实验室2（北矿院）最大值为离群值，剔除；水平5，实验室9（兰州海关 ）最大值为离群值，剔除。对剔除后数据再做柯克伦检验，无异常值。

表2-Pt 柯克伦检验结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室 | | No. i | 水平1 | | 水平2 | | 水平3 | | 水平4 | | 水平5 | |
| sij | nij | sij | nij | sij | nij | sij | nij | sij | nij |
| 各实验室测定结果标准偏差 | 金川集团 | 1 | 0.028 | 11 | 0.252 | 11 | 0.122 | 11 | 0.551 | 11 | 0.288 | 11 |
| 北矿院 | 2 | 0.050 | 11 | 0.325 | 11 | 0.147 | 11 | 0.586 | 11 | 0.141 | 11 |
| 中检广西 | 3 | 0.045 | 7 | 0.194 | 7 | 0.173 | 7 | 0.474 | 7 | 0.151 | 7 |
| 南通 | 4 | 0.052 | 11 | 0.289 | 11 | 0.097 | 11 | 0.441 | 11 | 0.352 | 11 |
| 紫金矿业 | 5 | 0.037 | 7 | 0.206 | 7 | 0.144 | 7 | 0.422 | 7 | 0.088 | 7 |
| 山东恒邦 | 6 | 0.031 | 7 | 0.196 | 7 | 0.186 | 7 | 0.149 | 7 | 0.154 | 7 |
| 中金岭南 | 7 | 0.031 | 7 | 0.169 | 7 | 0.039 | 7 | 0.281 | 7 | 0.098 | 7 |
| 连云港 | 8 | 0.028 | 7 | 0.308 | 7 | 0.140 | 7 | 0.469 | 7 | 0.062 | 5 |
| 兰州海关 | 9 | 0.029 | 7 | 0.268 | 7 | 0.148 | 7 | 0.484 | 7 | 0.327 | 7 |
| 大冶 | 10 | 0.015 | 6 | 0.151 | 6 | 0.089 | 6 | 0.253 | 6 | 0.119 | 6 |
| 长沙矿冶 | 11 | 0.028 | 5 | 0.421 | 5 | 0.060 | 5 | 0.146 | 5 | 0.350 | 5 |
| 广州检测 | 12 | 0.045 | 7 | 0.384 | 7 | 0.100 | 7 | 0.343 | 6 | 0.277 | 7 |
| 桂林矿产 | 13 | 0.035 | 7 | 0.283 | 7 | 0.091 | 7 | 0.489 | 7 | 0.191 | 7 |
| max（s） | | | 0.052 | | 0.421 | | 0.186 | | 0.586 | | 0.352 | |
| max（s2） | | | 0.00266 | | 0.177 | | 0.035 | | 0.344 | | 0.124 | |
| S2的和 | | | 0.017 | | 0.993 | | 0.204 | | 2.243 | | 0.652 | |
| C | | | 0.154 | | 0.178 | | 0.170 | | 0.153 | | 0.191 | |

铂的检验结果无异常值。

表2-Pd 柯克伦检验结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室 | | No. i | 水平1 | | 水平2 | | 水平3 | | 水平4 | | 水平5 | |
| sij | nij | sij | nij | sij | nij | sij | nij | sij | nij |
| 各实验室测定结果标准偏差 | 金川集团 | 1 | 0.087 | 11 | 0.50 | 11 | 0.047 | 11 | 0.495 | 11 | 0.464 | 11 |
| 北矿院 | 2 | 0.075 | 11 | 0.96 | 11 | 0.038 | 11 | 0.373 | 11 | 0.478 | 11 |
| 中检广西 | 3 | 0.086 | 7 | 0.64 | 7 | 0.039 | 7 | 0.358 | 7 | 0.230 | 7 |
| 南通 | 4 | 0.103 | 11 | 0.35 | 11 | 0.055 | 11 | 0.422 | 11 | 0.710 | 11 |
| 紫金矿业 | 5 | 0.039 | 7 | 0.52 | 7 | 0.021 | 7 | 0.488 | 7 | 0.110 | 7 |
| 山东恒邦 | 6 | 0.102 | 7 | 0.82 | 7 | 0.037 | 7 | 0.393 | 7 | 0.275 | 7 |
| 中金岭南 | 7 | 0.046 | 7 | 0.32 | 7 | 0.019 | 7 | 0.215 | 7 | 0.166 | 7 |
| 连云港 | 8 | 0.054 | 6 | 0.68 | 7 | 0.012 | 7 | 0.460 | 7 | 0.647 | 6 |
| 兰州海关 | 9 | 0.056 | 7 | 0.44 | 7 | 0.029 | 7 | 0.614 | 7 | **0.815\*** | 7 |
| 大冶 | 10 | 0.020 | 6 | 0.40 | 6 | 0.027 | 6 | 0.325 | 6 | 0.190 | 6 |
| 长沙矿冶 | 11 | 0.068 | 5 | 0.22 | 5 | 0.041 | 5 | 0.485 | 5 | 0.208 | 4 |
| 广州检测 | 12 | 0.067 | 7 | 0.75 | 7 | 0.033 | 7 | 0.644 | 7 | 0.419 | 7 |
| 桂林矿产 | 13 | 0.081 | 7 | 0.66 | 7 | 0.026 | 7 | **1.067\*\*** | 7 | 0.449 | 7 |
| max（s） | | | 0.103 | | 0.96 | | 0.055 | | 1.067 | | 0.815 | |
| max（s2） | | | 0.011 | | 0.913 | | 0.003 | | 1.140 | | 0.664 | |
| S2的和 | | | 0.067 | | 4.579 | | 0.016 | | 3.614 | | 2.654 | |
| C | | | 0.157 | | 0.199 | | 0.190 | | **0.315** | | **0.250** | |

检验结果表明：水平4，实验室13（桂林矿产）为离群值，删除后，继续检验无异常值；水平5，实验室9（兰州海关）为岐离值，暂时保留。

**3.3.3实验室间格拉布斯检验**

对各实验室的均值进行格拉布斯检验，离群值用\*\*标注、岐离值用\*标注。各实验室的统计检验结果见表3-Au、3-Pt、3-Pd和4-Au、4-Pt、4-Pd。

表3-Au 格拉布斯检验（一个离群观测值情形）

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 统计量 | 水平1 | 水平2 | 水平4 | 水平5 |
| 最大值 | 0.83 | 2.06 | 7.77 | 9.05 |
| 最小值 | 0.76 | 1.88 | 6.62 | 7.92 |
| Gmax | 1.733 | 1.189 | 2.161 | 2.111 |
| Gmin | 1.713 | 1.894 | 1.837 | 1.538 |
| p | 13 | 13 | 12 | 12 |
| 临界值G（p=12） | α=5% 2.412； α=1% 2.636 | | | |
| 临界值G（p=13） | α=5% 2.462； α=1% 2.699 | | | |

表3-Pt 格拉布斯检验（一个离群观测值情形）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 统计量 | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 |
| 最大值 | 0.66 | 9.49 | 1.94 | 18.28 | 4.85 |
| 最小值 | 0.58 | 8.26 | 1.73 | 16.73 | 4.32 |
| Gmax | 1.535 | 1.115 | 1.935 | 2.009 | 1.836 |
| Gmin | 1.533 | 2.344 | 2.096 | 1.278 | 1.077 |
| p | 13 | 13 | 13 | 13 | 13 |
| 临界值G（p=13） | α=5% 2.462； α=1% 2.699 | | | | |

表3-Pd 格拉布斯检验（一个离群观测值情形）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 统计量 | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 |
| 最大值 | 2.71 | 27.47 | 0.67 | 23.17 | 11.09 |
| 最小值 | 2.39 | 24.69 | 0.59 | 21.18 | 10.03 |
| Gmax | 1.434 | 2.056 | 1.443 | 1.585 | 1.932 |
| Gmin | 2.030 | 1.541 | 1.690 | 1.861 | 1.231 |
| p | 13 | 13 | 13 | 12 | 13 |
| 临界值G（p=12） | α=5% 2.412； α=1% 2.636 | | | | |
| 临界值G（p=13） | α=5% 2.462； α=1% 2.699 | | | | |

由表3-Au、3-Pt、3-Pd的检验结果可知，一个离群观测值的检验，无异常值。对两个离群观测值情形再进行检验。

表4-Au 格拉布斯检验（两个离群观测值情形）

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 统计量 | 水平1 | 水平2 | 水平4 | 水平5 |
| s02 | 0.00491 | 0.04382 | 0.04563 | 0.89747 |
| s2p-1,p | 0.00263 | 0.03370 | 0.02308 | 0.30078 |
| s21,2 | 0.00307 | 0.01295 | 0.03314 | 0.50161 |
| Gp-1,p | 0.5352 | 0.7690 | 0.5059 | 0.3351 |
| G1，2 | 0.6250 | 0.2954 | 0.7262 | 0.5589 |
| p | 13 | 13 | 12 | 12 |
| 临界值G（p=12） | α=5% 0.2537； α=1% 0.1738 | | | |
| 临界值G（p=13） | α=5% 0.2836； α=1% 0.2016 | | | |

表4-Pt 格拉布斯检验（两个离群观测值情形）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 统计量 | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 |
| s02 | 0.00773 | 1.50361 | 0.03448 | 2.65751 | 0.38936 |
| s2p-1,p | 0.00454 | 1.20042 | 0.01708 | 1.21369 | 0.18831 |
| s21,2 | 0.00455 | 0.50611 | 0.01862 | 1.95400 | 0.30683 |
| Gp-1,p | 0.5879 | 0.7984 | 0.4952 | 0.4567 | 0.4836 |
| G1，2 | 0.5891 | 0.3366 | 0.5401 | 0.7353 | 0.7881 |
| p | 13 | 13 | 13 | 13 | 13 |
| 临界值G（p=13） | α=5% 0.2836； α=1% 0.2016 | | | | |

表4-Pd 格拉布斯检验（两个离群观测值情形）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 统计量 | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 |
| s02 | 0.09983 | 7.18734 | 0.00747 | 3.68962 | 1.35861 |
| s2p-1,p | 0.05896 | 2.70759 | 0.00489 | 2.05096 | 0.67435 |
| s21,2 | 0.05010 | 4.34413 | 0.00462 | 1.90548 | 0.98003 |
| Gp-1,p | 0.5906 | 0.3767 | 0.6546 | 0.5559 | 0.4963 |
| G1，2 | 0.5019 | 0.6044 | 0.6175 | 0.5164 | 0.7213 |
| p | 13 | 13 | 13 | 12 | 13 |
| 临界值G（p=12） | α=5% 0.2537； α=1% 0.1738 | | | | |
| 临界值G（p=13） | α=5% 0.2836； α=1% 0.2016 | | | | |

由表4-Au、4-Pt、4-Pd的检验结果可知，两个离群观测值的检验，无异常值。

**3.3.4精密度计算**

剔除离群值后，精密度计算结果见表5-Au、5-Pt、5-Pd。

表5-Au 精密度计算结果

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 统计量 | 水平1 | 水平2 | 水平4 | 水平5 |
| T1 | 79.608 | 199.014 | 636.263 | 780.517 |
| T2 | 63.699 | 397.450 | 4560.017 | 6564.382 |
| T3 | 100 | 100 | 89 | 93 |
| T4 | 816 | 816 | 695 | 767 |
| T5 | 0.287 | 1.093 | 5.117 | 6.110 |
| Sr2 | 0.0033 | 0.013 | 0.066 | 0.075 |
| SL2 | 0.00310 | 0.013 | 0.131 | 0.153 |
| SR2 | 0.006 | 0.026 | 0.197 | 0.228 |
| SR | 0.080 | 0.161 | 0.444 | 0.478 |
| Srj | 0.057 | 0.112 | 0.258 | 0.275 |
| **m** | **0.80** | **1.99** | **7.15** | **8.39** |
| **r** | **0.16** | **0.31** | **0.72** | **0.77** |
| **R** | **0.22** | **0.45** | **1.24** | **1.34** |

表5-Pt 精密度计算结果

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 统计量 | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 |
| T1 | 62.105 | 909.249 | 183.808 | 1716.130 | 443.091 |
| T2 | 38.625 | 8278.397 | 338.140 | 29766.93 | 2006.345 |
| T3 | 100 | 100 | 100 | 99 | 98 |
| T4 | 816 | 816 | 816 | 803 | 792 |
| T5 | 0.125 | 6.593 | 1.391 | 16.601 | 4.550 |
| Sr2 | 0.0014 | 0.076 | 0.016 | 0.193 | 0.05353 |
| SL2 | 0.00040 | 0.111 | 0.001 | 0.177 | 0.026 |
| SR2 | 0.002 | 0.186 | 0.017 | 0.370 | 0.080 |
| SR | 0.0429 | 0.432 | 0.130 | 0.608 | 0.282 |
| Srj | 0.038 | 0.275 | 0.126 | 0.439 | 0.231 |
| **m** | **0.62** | **9.09** | **1.84** | **17.33** | **4.52** |
| **r** | **0.11** | **0.77** | **0.35** | **1.23** | **0.65** |
| **R** | **0.12** | **1.21** | **0.37** | **1.70** | **0.79** |

表5-Pd 精密度计算结果

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 统计量 | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 |
| T1 | 255.368 | 2587.870 | 63.127 | 2069.580 | 1024.398 |
| T2 | 659.510 | 67021.010 | 39.914 | 46098.18 | 10719.598 |
| T3 | 99 | 100 | 100 | 93 | 98 |
| T4 | 803 | 816 | 816 | 767 | 794 |
| T5 | 0.472 | 32.333 | 0.117 | 16.521 | 16.970 |
| Sr2 | 0.0055 | 0.372 | 0.001 | 0.207 | 0.200 |
| SL2 | 0.00801 | 0.499 | 0.001 | 0.474 | 0.102 |
| SR2 | 0.014 | 0.87 | 0.0019 | 0.68 | 0.30 |
| SR | 0.1162 | 0.933 | 0.043 | 0.825 | 0.549 |
| Srj | 0.074 | 0.610 | 0.037 | 0.454 | 0.447 |
| **m** | **2.58** | **25.88** | **0.63** | **22.25** | **10.45** |
| **r** | **0.21** | **1.71** | **0.10** | **1.27** | **1.25** |
| **R** | **0.33** | **2.61** | **0.12** | **2.31** | **1.54** |

**3.3.5 重复性和再现性**

由于标准起草过程中，对验证样品的精密度试验相对日常分析还是有所不同，考虑到验证样品的情况和实际分析测试误差，结合日常分析的数据波动情况，经论证确定重复性r和再现性R值见表6。

表6 重复性r和再现性R

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Au /（g/t） | 0.80 | 1.99 | 7.15 | 8.39 |  |
| r/（g/t） | 0.16 | 0.35 | 0.72 | 0.85 |  |
| R/（g/t） | 0.25 | 0.50 | 1.24 | 1.50 |  |
| *w*Pt/（g/t） | 0.62 | 1.84 | 4.52 | 9.09 | 17.33 |
| r/（g/t） | 0.15 | 0.35 | 0.65 | 0.90 | 1.23 |
| R/（g/t） | 0.20 | 0.45 | 0.85 | 1.25 | 2.06 |
| *w*Pd /（g/t） | 0.63 | 2.58 | 10.45 | 22.25 | 25.88 |
| r/（g/t） | 0.10 | 0.25 | 1.25 | 1.60 | 1.85 |
| R/（g/t） | 0.15 | 0.40 | 1.55 | 2.50 | 2.70 |

**四、标准中涉及专利的情况**

本标准不涉及专利问题。

**五、标准水平分析**

通过文献检索和网上查询，国内外未见与镍精矿中金铂钯测定的相关分析标准。本标准是首次制定，填补了国际、国内镍精矿中金铂钯分析标准的空白。本标准的制定，补充了现行行业标准《镍精矿化学分析方法》中无金铂钯检测方法的标准，使其更加完善，本标准的发布、实施，将规范镍精矿中金、铂、钯等贵金属元素的分析检测，对生产单位或贸易双方在内部金属平衡和数据结算具有很重要的指导意义。与会代表一致认为本标准的制定和编制过程符合GB/T1.1-2009《标准化工作到则》的编制要求，标准技术先进，具有较强的适用性、科学性和可操作性，达到了？? 先进水平。

**六、与现行法律、法规、强制性国家标准及相关标准协调配套情况**

本标准为初次制定，本标准的制定符合现行法律、法规等的要求，标准格式规范，填补了现行《镍精矿化学分析方法》中无金、铂和钯含量分析方法的空白。

**标准中涉及的专利**

无

**七、重大分歧意见的处理经过和依据**

标准制定过程中，无重大分歧意见。

**八、标准作为强制性或推荐性国家（或行业）标准的建议**

建议本标准作为推荐性行业标准。

**九、贯彻标准要求或措施建议**

无。

**十、废止现行有关标准的建议**

本标准为初次制定，无现行有关标准。

**十一、其他应予说明的事项**

本标准首次规定了镍精矿中金、铂、钯含量的测定方法。在标准制定过程中，充分调研国内生产企业和国内外的贸易情况和技术方法，制定标准方法技术先进，可操作性强，适用性好，综合水平达到了？？ 水平，为金铂钯含量的测定提供了依据，有利于企业提高对镍精矿中金铂钯的综合利用和生产，完全满足国内外生产企业和贸易的需求。