--

ICS 77.040.30

H 13

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

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

Methods for chemical analysis of nickel concentrates —

Part 6: Determination of gold，platinum and palladium contents-

Fire assay collection-inductively coupled plasma

atomic emission spectrometry

(送审稿)

YS/T 341.6—202X



前 言

本文件按照GB/T1.1-2020《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YS/T 341《镍精矿化学分析方法》的第6部分。YS/T 341《镍精矿化学分析方法》已经发布了以下部分：

——第1部分：镍量的测定 丁二酮肟沉淀分离—EDTA滴定法；

——第2部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第3部分：氧化镁量的测定 EDTA滴定法；

——第4部分：锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第5部分：铜、铅、锌、镁、镉和砷含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——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

——第7部分：银含量的测定 火焰原子吸收光谱法。

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。

本文件起草单位：金川集团股份有限公司、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、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、兰州海关技术中心、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。

本文件主要起草人：吕庆成、喻生洁、杨红玉、王皓莹、陈小兰、熊晓燕、黄秋玲、施锦辉、熊方祥、郭桓煜、侯辉南、曲建波、王小荣、杨建兵、纪喜生、马鑫、侍金敏、符峙宗 邓海航 李梁军、…（紫金）、阳兆鸿、周专、曾静、徐师

引 言

镍精矿是含镍矿石经浮选或其他方法选矿得到精矿产品，主要用于镍的冶炼。镍精矿中常伴生金铂钯等贵金属元素，采用行业认可的分析方法测定金铂钯含量，既能有效指导生产企业对镍精矿中金铂钯的提炼，又满足贸易结算的需求，其重要性不言而喻。因此，制定了针对镍精矿中金、铂和钯含量测定的分析方法标准。

YS/T 341《镍精矿化学分析方法》由7个部分构成，本文件为第6部分。

——第1部分：镍量的测定 丁二酮肟沉淀分离—EDTA滴定法；

——第2部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第3部分：氧化镁量的测定 EDTA滴定法；

——第4部分：锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第5部分：铜、铅、锌、镁、镉和砷含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——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；

——第7部分：银含量的测定 火焰原子吸收光谱法。

本文件的制定是基于供需双方的需求。该标准的建立有助于提高镍精矿中金铂钯的回收利用，便于供应商和客户之间采用统一的分析方法开展检测，有利于减少因检测方法差异造成的商业纠纷，具有很好的经济效益和社会效益。

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

1 范围

本文件规定了镍精矿中金、铂和钯含量的测定方法。

本文件适用于镍精矿中金、铂和钯含量的测定。测定范围：金0.50 g/t～10.0 g/t；铂0.50 g/t～20.0 g/t；钯0. 50 g/t～30.0 g/t 。

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 6682分析实验室用水规格和试验方法

3 术语与定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试料与适宜的熔剂配料，经高温熔融后获得捕集了贵金属的铅扣，将铅扣灰吹得到含有金、铂和钯的贵金属合粒，合粒用硝酸和混合酸溶解后，于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上测定金、铂和钯的发射强度，按工作曲线法计算金、铂和钯的含量。

5 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯及以上纯度的试剂。

5.1 GB/T 6682，三级水及以上纯度的水。

5.2 无水碳酸钠，粉状，工业纯。

5.3 氧化铅，粉状（Au＜0.01 g/t，Pt＜0.01 g/t，Pd＜0.01 g/t）。

5.4 二氧化硅，粉状，工业纯。

5.5 硼砂，粉状，工业纯。

5.6 淀粉，粉状。

5.7 硝酸钾，粉状。

5.8 混合覆盖剂，2份碳酸钠与1份硼砂混匀。

5.9 盐酸（*ρ*=1.19 g/mL）。

5.10 硝酸（*ρ*=1.42 g/mL）。

5.11 混合酸：3份盐酸（5.9）与1份硝酸（5.10）混匀。现配现用。

5.12 硝酸银溶液（63 g/L）：称取6.3 g硝酸银于100 mL棕色容量瓶中，以水溶解并稀释至刻度，混匀，保存于避光、阴凉处。此溶液1mL含银40 mg。

5.13 金标准贮存溶液：称取0.100 0 g纯金（*w*Au≥ 99.99 %）于100 mL烧杯中，加入5 mL混合酸（5.11），加热至完全溶解，蒸发至近干，取下稍冷，加入10 mL盐酸（5.9），煮沸至驱尽氮的氧化物，取下冷却，将溶液移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg金。

5.14 铂标准贮存溶液：称取0.100 0 g纯铂（*w*Pt≥ 99.99%）于100 mL烧杯中，加入5 mL混合酸（5.11），加热至完全溶解，蒸发至近干，取下稍冷，加入10 mL盐酸（5.9），煮沸至驱尽氮的氧化物，取下冷却，将溶液移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg铂。

5.15 钯标准贮存溶液：称取0.100 0 g纯钯（*w*Pd≥ 99.99%）于100 mL烧杯中，加入5 mL混合酸（5.11），加热至完全溶解，蒸发至近干，取下稍冷，加入10 mL盐酸（5.9），煮沸至驱尽氮的氧化物，取下冷却，将溶液移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg钯。

5.16 金、铂、钯混合标准溶液：分别移取5.00 mL金、铂、钯标准贮存溶液（5.13）、（5.14）、（5.15）于100 mL容量瓶中，加入10 mL盐酸（5.9），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL分别含50 µg金、铂、钯。

6 仪器设备

6.1 试金炉：最高加热温度不低于1 200 ℃。

6.2 粘土坩埚：材质为耐火粘土，容积约为400 mL，或保证放置试料深度不超过坩埚深度的3/4。

6.3 灰皿（镁砂）：顶部内径约 35 mm，底部外径约 40 mm，高约 30 mm，深约 17 mm。

6.4 铸铁模。

6.5 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1.0 μg/mL的待测元素标准溶液测量11次，各元素光强度的相对标准偏差不超过2.5 %。

——各元素的推荐谱线见表1。

表1 各元素的推荐谱线

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | Au | Pt | Pd |
| 谱线/nm | 267.595 | 265.945/214.423 | 340.458 |

7 样品

7.1 样品粒度不大于154 μm。

7.2 样品预先在105 ℃±5 ℃烘2 h，置于干燥器中冷却至室温备用。

8 试验步骤

8.1 试料

 称取15.0 g试样，精确至0.00 1 g。

8.2 平行试验

平行做两份试验。

8.3 空白试验

8.3.1 随同试料做氧化铅空白试验，平行测定2次，取其平均值。

8.3.2 测定方法

称取40 g无水碳酸钠（5.2），220 g氧化铅（5.3），20 g二氧化硅（5.4），20 g硼砂（5.5），3.5 g淀粉（5.6）于耐火粘土坩埚（6.2）中，搅拌均匀后，加入硝酸银溶液（5.12）5滴～6滴（约10 mg～12 mg银），覆盖约5 mm厚的混合覆盖剂（5.8），以下操作按8.4.2~8.4.5进行。

8.4 测定

8.4.1 配料

将试料（8.1）置于粘土坩埚（6.2）中，加入45 g无水碳酸钠（5.2），220 g氧化铅（5.3），20 g二氧化硅（5.4），15 g硼砂（5.5），加入10 g硝酸钾（5.7）混匀，加入5滴～6滴硝酸银溶液（5.12）（约10 mg～12 mg银），表面覆盖约5 mm厚的混合覆盖剂（5.8）。

注1：硝酸钾加入量随样品中硫、碳等还原性组分含量适当增减，增加或减少1 g硝酸钾（5.7），在得到铅扣重量的基础上减少或增加约4 g；

注2：如遇到镍铜及其他成分含量特殊样品，可在保持0.75硅酸度基础上适当调整配料。

8.4.2 熔融

将配好料的粘土坩埚（8.4.1）置于约900 ℃的试金炉（6.1）中升温熔炼，在30 min～40 min内升温至1 100 ℃，保温30 min后取出。将坩埚平稳地旋转数次，并在铁板上轻轻敲击2～3次，小心将熔融物倒入已预热的铸铁模（6.4）中。冷却后使铅扣与熔渣分离，将铅扣捶成立方体，称重，保持铅扣25 g～45 g，否则，应调整硝酸钾（5.7）用量，重新配料、熔融。

8.4.3 灰吹

将铅扣放入已在900 ℃试金炉（6.1）中预热30 min的灰皿（6.3）中，关闭炉门l min～2 min，待熔铅脱膜后，半开炉门，同时控制炉温在900 ℃~920 ℃进行灰吹，当合粒出现闪光后，即刻把灰皿移至炉门口，稍冷后取出，冷却。用镊子取出合粒，刷净，置于100 mL烧杯中。

8.4.4 合粒溶解

在盛有贵金属合粒的烧杯中加入5 mL硝酸（5.10），盖上表皿，低温加热溶解至淡黄色烟冒尽，溶液无色时取下，加入20 mL盐酸（5.9），加热溶解至溶液澄清，继续加热至湿盐状，冷却，加入5 mL混合酸（5.11），低温溶解至2 mL～3 mL，用水冲洗表皿及杯壁，控制体积不大于15 mL，微沸3 min～5 min至溶液澄清，取下冷却，移入25 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。静置。

8.4.5 金、铂和钯含量的测定

按表2规定分取试液（8.4.4）于25 mL容量瓶中，补加2 mL混合酸（5.11），用水稀释至刻度，混匀。于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，在选定的工作条件下，与系列标准溶液同步测定试液中金、铂和钯的发射强度，根据工作曲线计算出样品中金、铂和钯的含量。

表2 试样的分取体积和补加混合酸体积

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 质量分数/ g/t | 分取试液体积/mL | 补加混合酸体积/mL |
| Au/ Pt / Pd | 0.50 g/t～15.00 g/t | - | - |
| ＞15.00 g/t～30.00 g/t | 10.00 | 2 |

8.5 工作曲线的绘制

移取0 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL金、铂、钯混合标准溶液（5.16）置于一组100 mL容量瓶中，加入10 mL混合酸（5.11），用水稀释至刻度，混匀。按选定的仪器条件，测定金、铂、钯各元素的发射强度，仪器自动绘制金、铂、钯的工作曲线。

9 试验数据处理

金、铂和钯含量以金、铂和钯的质量分数*w* x计，数值以g/t表示，按公式（1）计算：

$$w\_{x} = \frac{\left(ρ\_{x}-ρ\_{0}\right)∙V\_{0}∙V\_{1}}{V\_{2}∙m}………………………………………………(1)$$

式中：

*x*——被测元素，金、铂和钯；

*ρ*x——试液中测得金、铂和钯的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

*ρ*0——空白试液中测得金、铂和钯的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

*V0* ——试液总体积，单位为毫升（mL）；

*V1*——测定时试液的体积，单位为毫升（mL）；

*V2* ——分取试液体积，单位为毫升（mL）；

*m ——*试料的质量，单位为克（g）。

计算结果表示至小数点后两位。

10 精密度

10.1 重复性

精密度数据是在2020年由13个实验室对4个金、5个铂和钯含量不同的水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的金、铂和钯含量在重复性条件下独立测定5~11次。测量的原始数据见表A.1、A.2 和A.3。在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表3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或外延法求得。

表3 重复性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Au /（g/t） | 0.80 | 1.99 | 7.15 | 8.39 |  |
| *r/*（g/t） | 0.20 | 0.40 | 0.85 | 1.00 |  |
| *w*Pt /（g/t） | 0.62 | 1.84 | 4.52 | 9.09 | 17.33 |
| *r/*（g/t） | 0.15 | 0.40 | 0.65 | 1.00 | 1.50 |
| *w*Pd /（g/t） | 0.63 | 2.58 | 10.45 | 22.25 | 25.88 |
| *r*/（g/t） | 0.15 | 0.50 | 1.25 | 1.80 | 2.00 |

10.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限（*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或外延法求得。

表4 再现性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Au /（g/t） | 0.80 | 1.99 | 7.15 | 8.39 |  |
| *R/*（g/t） | 0.30 | 0.60 | 1.30 | 1.50 |  |
| *w*Pt /（g/t） | 0.62 | 1.84 | 4.52 | 9.09 | 17.33 |
| *R/*（g/t） | 0.20 | 0.60 | 0.90 | 1.50 | 2.06 |
| *w*Pd /（g/ t） | 0.63 | 2.58 | 10.45 | 22.25 | 25.88 |
| *R*/（g/t） | 0.20 | 0.80 | 1.60 | 2.50 | 2.70 |

11 试验报告

试验报告至少给出以下几个方面的内容：

——样品；

——使用的标准YS/T 341.6-202X；；

——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。

附 录 A

（资料性）

精密度试验原始数据

精密度数据是在2020年由13个实验室对4个金、5个铂和钯含量不同的水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的金、铂和钯含量在重复性条件下独立测定5~11次。测量的原始数据见表A.1、A.2 和A.3。

 表A.1 金的精密度试验原始数据 g/t

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 实验室 |  次数水平数 | n |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
| 1 | 1# | 0.70 | 0.88 | 0.86 | 0.81 | 0.74 | 0.68 | 0.86 | 0.69 | 0.76 | 0.85 | 0.79 |
| 2# | 1.96 | 2.19 | 2.08 | 2.15 | 1.94 | 1.83 | 1.77 | 2.20 | 1.94 | 1.86 | 1.98 |
| 4# | 7.05 | 6.87 | 6.53 | 6.82 | 7.11 | 6.82 | 7.53 | 7.15 | 7.62 | 7.37 | 7.44 |
| 5# | 7.91 | 8.13 | 7.97 | 8.22 | 8.47 | 8.85 | 8.47 | 8.52 | 8.04 | 8.88 | 8.64 |
| 2 | 1# | 0.82 | 0.91 | 0.69 | 0.84 | 0.87 | 0.78 | 0.80 | 0.89 | 0.84 | 0.80 | 0.80 |
| 2# | 1.94 | 2.02 | 2.00 | 1.84 | 1.99 | 1.90 | 1.96 | 1.98 | 2.03 | 1.87 | 1.92 |
| 4# | 6.71\*\* | 7.47\*\* | 6.36\*\* | 7.50\*\* | 6.59\*\* | 7.20\*\* | 7.49\*\* | 6.38\*\* | 6.02\*\* | 7.84\*\* | 7.29\*\* |
| 5# | 8.02 | 7.93 | 8.23 | 8.02 | 8.30 | 7.82 | 8.04 | 8.34 | 7.88 | 7.94 | 8.09 |
| 3 | 1# | 1.01\* | 0.82 | 0.84 | 0.80 | 0.74 | 0.83 | 0.79 |  |  |  |  |
| 2# | 2.05 | 1.94 | 2.19 | 1.79 | 1.95 | 1.80 | 2.06 |  |  |  |  |
| 4# | 7.83 | 7.51 | 8.07 | 7.30 | 8.19 | 7.83 | 7.64 |  |  |  |  |
| 5# | 8.85 | 9.00 | 8.82 | 9.02 | 9.25 | 9.14 | 9.25 |  |  |  |  |
| 4 | 1# | 0.81 | 0.76 | 0.83 | 0.76 | 0.74 | 0.75 | 0.70 | 0.84 | 0.85 | 0.83 | 0.80 |
| 2# | 1.90 | 2.01 | 1.88 | 1.99 | 2.05 | 1.89 | 2.18 | 2.10 | 1.95 | 1.88 | 2.09 |
| 4# | 7.38 | 7.15 | 6.89 | 6.78 | 7.01 | 6.99 | 6.95 | 7.16 | 7.45 | 7.22 | 6.98 |
| 5# | 8.59 | 7.98 | 7.88 | 7.95 | 8.15 | 8.99 | 8.84 | 8.75 | 8.66 | 8.32 | 8.58 |
| 5 | 1# | 0.79 | 0.72 | 0.66 | 0.78 | 0.78 | 0.80 | 0.80 |  |  |  |  |
| 2# | 2.03 | 2.20 | 2.02 | 1.87 | 2.00 | 2.03 | 1.89 |  |  |  |  |
| 4# | 7.39 | 7.38 | 7.12 | 7.44 | 7.62 | 7.45 | 6.68 |  |  |  |  |
| 5# | 8.68 | 9.01 | 9.12 | 8.81 | 8.67 | 8.57 | 8.73 |  |  |  |  |
| 6 | 1# | 0.84 | 0.73 | 0.85 | 0.75 | 0.78 | 0.78 | 0.80 |  |  |  |  |
| 2# | 1.97 | 1.87 | 1.98 | 2.21 | 2.06 | 2.32 | 1.96 |  |  |  |  |
| 4# | 7.18 | 7.06 | 6.94 | 6.95 | 7.26 | 7.59 | 7.15 |  |  |  |  |
| 5# | 8.84 | 8.06 | 8.83 | 8.56 | 8.61 | 8.03 | 8.82 |  |  |  |  |
| 7 | 1# | 0.83 | 0.81 | 0.76 | 0.80 | 0.79 | 0.70 | 0.77 |  |  |  |  |
| 2# | 1.89 | 1.80 | 1.85 | 1.86 | 1.88 | 1.94 | 1.91 |  |  |  |  |
| 4# | 6.95 | 6.89 | 6.82 | 6.99 | 7.05 | 7.15 | 7.06 |  |  |  |  |
| 5# | 8.42 | 8.25 | 8.01 | 8.33 | 8.58 | 8.22 | 8.36 |  |  |  |  |
| 8 | 1# | 0.81 | 0.84 | 0.86 | 0.75 | 0.86 | 0.85 | 0.75 |  |  |  |  |
| 2# | 2.10 | 2.05 | 1.89 | 1.95 | 2.08 | 2.13 | 1.90 |  |  |  |  |
| 4# | 6.90 | 7.08 | 7.30 | 7.20 | 7.14 | 7.22 | 7.11 |  |  |  |  |
| 5# | 8.42 | 8.46 | 8.70 | 8.47 | 8.71 | 8.77 | 8.44 |  |  |  |  |
| 9 | 1# | 0.90 | 0.78 | 0.79 | 0.75 | 0.80 | 0.84 | 0.81 |  |  |  |  |
| 2# | 2.02 | 1.95 | 2.01 | 2.07 | 2.23 | 2.29 | 1.78 |  |  |  |  |
| 4# | 7.54 | 7.09 | 7.32 | 7.78 | 7.95 | 7.33 | 7.50 |  |  |  |  |
| 5# | 8.94\*\* | 8.94\*\* | 9.03\*\* | 8.71\*\* | 7.60\*\* | 7.39\*\* | 8.80\*\* |  |  |  |  |
| 10 | 1# | 0.79 | 0.77 | 0.79 | 0.80 | 0.77 | 0.78 |  |  |  |  |  |
| 2# | 1.89 | 1.88 | 1.83 | 1.89 | 1.88 | 1.91 |  |  |  |  |  |
| 4# | 7.05 | 6.68 | 6.83 | 6.99 | 7.20 | 6.68 |  |  |  |  |  |
| 5# | 8.00 | 7.93 | 7.60 | 7.93 | 8.30 | 7.73 |  |  |  |  |  |
| 11 | 1# | 0.88 | 0.75 | 0.78 | 0.82 | 0.75 |  |  |  |  |  |  |
| 2# | 2.10 | 2.08 | 2.09 | 2.03 | 2.01 |  |  |  |  |  |  |
| 4# | 7.07 | 7.09 | 7.11 | 7.15 | 7.23 |  |  |  |  |  |  |
| 5# | 8.14 | 8.44 | 8.52 | 8.30 | 8.44 |  |  |  |  |  |  |
| 12 | 1# | 0.68 | 0.82 | 0.79 | 0.82 | 0.86 | 0.72 | 0.74 |  |  |  |  |
| 2# | 1.96 | 2.16 | 1.91 | 1.96 | 2.04 | 2.10 | 2.00 |  |  |  |  |
| 4# | 7.43 | 7.01 | 6.98 | 6.76 | 6.59 | 7.53 | 7.30 |  |  |  |  |
| 5# | 8.22 | 8.25 | 8.52 | 8.85 | 8.25 | 7.75 | 7.70 |  |  |  |  |
| 13 | 1# | 0.84 | 0.86 | 0.79 | 0.69 | 0.82 | 0.78 | 0.86 |  |  |  |  |
| 2# | 1.91 | 2.08 | 1.99 | 2.20 | 1.92 | 1.98 | 2.18 |  |  |  |  |
| 4# | 6.54 | 6.53 | 6.38 | 7.15 | 6.41 | 6.66 | 6.70 |  |  |  |  |
| 5# | 8.38 | 7.97 | 7.91 | 8.52 | 8.21 | 8.13 | 8.31 |  |  |  |  |

 表A.2 铂的精密度试验原始数据 g/t

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 实验室 |  次数水平数 | n |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
| 1 | 1# | 0.63 | 0.60 | 0.61 | 0.62 | 0.63 | 0.66 | 0.61 | 0.60 | 0.65 | 0.69 | 0.62 |
| 2# | 8.67\* | 9.21 | 9.10 | 9.16 | 9.32 | 9.55 | 9.57 | 9.42 | 9.17 | 9.33 | 9.42 |
| 3# | 2.07 | 1.92 | 1.68 | 1.76 | 1.80 | 1.92 | 1.82 | 1.94 | 1.77 | 2.05 | 1.87 |
| 4# | 17.38 | 16.92 | 16.81 | 16.48 | 16.57 | 17.04 | 16.76 | 16.96 | 17.73 | 17.39 | 18.35 |
| 5# | 3.78 | 4.18 | 4.29 | 4.49 | 4.66 | 4.69 | 4.53 | 4.56 | 4.35 | 4.76 | 4.68 |
| 2 | 1# | 0.62 | 0.58 | 0.68 | 0.63 | 0.63 | 0.73 | 0.63 | 0.57 | 0.60 | 0.67 | 0.70 |
| 2# | 8.48 | 8.87 | 8.62 | 8.02 | 9.22 | 8.47 | 8.73 | 8.63 | 8.97 | 9.03 | 8.73 |
| 3# | 1.92 | 1.73 | 1.63 | 1.60 | 2.06 | 1.98 | 1.76 | 1.83 | 1.70 | 1.86 | 1.92 |
| 4# | 17.60 | 17.30 | 17.78 | 17.43 | 16.58 | 16.23 | 17.32 | 17.48 | 17.84 | 16.69 | 16.29 |
| 5# | 4.34 | 4.29 | 4.52 | 4.52 | 4.33 | 4.32 | 4.20 | 4.08 | 4.51 | 4.47 | 4.33 |
| 3 | 1# | 0.65 | 0.59 | 0.56 | 0.54 | 0.58 | 0.53 | 0.63 |  |  |  |  |
| 2# | 8.68 | 8.92 | 8.70 | 9.03 | 9.05 | 9.00 | 9.22 |  |  |  |  |
| 3# | 1.61 | 2.03 | 1.67 | 2.01 | 1.92 | 1.89 | 1.67 |  |  |  |  |
| 4# | 18.12 | 18.10 | 17.80 | 16.81 | 17.48 | 17.21 | 17.58 |  |  |  |  |
| 5# | 4.52 | 4.63 | 4.14 | 4.46 | 4.37 | 4.43 | 4.38 |  |  |  |  |
| 4 | 1# | 0.67 | 0.66 | 0.56 | 0.59 | 0.57 | 0.68 | 0.67 | 0.57 | 0.69 | 0.60 | 0.58 |
| 2# | 9.22 | 8.67 | 9.28 | 9.54 | 8.88 | 8.89 | 9.58 | 9.12 | 9.33 | 9.25 | 8.90 |
| 3# | 2.09 | 2.08 | 1.99 | 1.98 | 1.88 | 1.98 | 1.95 | 1.94 | 1.82 | 1.85 | 1.80 |
| 4# | 17.25 | 16.98 | 17.28 | 17.35 | 17.59 | 16.59 | 16.66 | 17.39 | 17.89 | 16.59 | 17.61 |
| 5# | 4.98 | 4.78 | 3.99 | 4.45 | 4.49 | 4.96 | 4.88 | 5.22 | 5.11 | 4.98 | 4.78 |
| 5 | 1# | 0.68 | 0.62 | 0.62 | 0.64 | 0.72 | 0.66 | 0.63 |  |  |  |  |
| 2# | 8.76 | 8.96 | 9.29 | 8.71 | 8.93 | 9.05 | 9.15 |  |  |  |  |
| 3# | 1.81 | 1.95 | 1.87 | 1.65 | 1.94 | 2.07 | 1.72 |  |  |  |  |
| 4# | 17.22 | 17.35 | 16.63 | 16.60 | 17.55 | 16.50 | 17.22 |  |  |  |  |
| 5# | 4.76 | 4.79 | 4.58 | 4.70 | 4.74 | 4.56 | 4.68 |  |  |  |  |
| 6 | 1# | 0.61 | 0.62 | 0.61 | 0.60 | 0.64 | 0.61 | 0.69\* |  |  |  |  |
| 2# | 9.22 | 9.24 | 9.26 | 9.44 | 9.45 | 9.74 | 9.59 |  |  |  |  |
| 3# | 1.75 | 1.64 | 2.17 | 1.87 | 1.73 | 1.76 | 2.02 |  |  |  |  |
| 4# | 17.74 | 17.81 | 17.91 | 17.69 | 18.00 | 17.57 | 17.91 |  |  |  |  |
| 5# | 4.45 | 4.39 | 4.61 | 4.50 | 4.75 | 4.42 | 4.28 |  |  |  |  |
| 7 | 1# | 0.64 | 0.65 | 0.60 | 0.65 | 0.57 | 0.62 | 0.59 |  |  |  |  |
| 2# | 9.13 | 8.94 | 9.45 | 9.08 | 9.32 | 9.25 | 9.12 |  |  |  |  |
| 3# | 1.85 | 1.82 | 1.75 | 1.83 | 1.85 | 1.79 | 1.86 |  |  |  |  |
| 4# | 17.22 | 18.01 | 17.62 | 17.88 | 17.55 | 17.54 | 17.95 |  |  |  |  |
| 5# | 4.80 | 4.70 | 4.75 | 4.70 | 4.68 | 4.95\* | 4.68 |  |  |  |  |
| 8 | 1# | 0.61 | 0.64 | 0.66 | 0.69 | 0.66 | 0.69 | 0.67 |  |  |  |  |
| 2# | 9.57 | 9.60 | 8.99 | 9.30 | 9.74 | 9.73 | 9.08 |  |  |  |  |
| 3# | 2.10 | 1.69 | 1.82 | 1.73 | 1.88 | 1.92 | 1.76 |  |  |  |  |
| 4# | 17.14 | 17.47 | 17.94 | 18.26 | 18.09 | 18.25 | 18.43 |  |  |  |  |
| 5# | 4.23\*\* | 3.91\*\* | 4.83 | 4.91 | 4.83 | 4.96 | 4.82 |  |  |  |  |
| 9 | 1# | 0.59 | 0.62 | 0.66 | 0.62 | 0.59 | 0.66 | 0.61 |  |  |  |  |
| 2# | 9.48 | 9.03 | 9.89 | 9.49 | 9.32 | 9.54 | 9.66 |  |  |  |  |
| 3# | 1.95 | 1.76 | 1.53 | 1.71 | 1.60 | 1.87 | 1.66 |  |  |  |  |
| 4# | 18.98 | 17.82 | 18.44 | 17.85 | 18.71 | 17.74 | 18.42 |  |  |  |  |
| 5# | 4.61 | 4.53 | 4.71 | 4.44 | 4.05 | 3.80 | 4.48 |  |  |  |  |
| 10 | 1# | 0.60 | 0.61 | 0.58 | 0.57 | 0.60 | 0.58 |  |  |  |  |  |
| 2# | 8.80 | 9.00 | 8.60 | 8.80 | 8.67 | 8.93 |  |  |  |  |  |
| 3# | 1.90 | 1.85 | 1.92 | 1.79 | 1.82 | 2.04 |  |  |  |  |  |
| 4# | 16.73 | 16.87 | 17.10 | 16.50 | 17.20 | 16.93 |  |  |  |  |  |
| 5# | 4.45 | 4.61 | 4.43 | 4.39 | 4.29 | 4.29 |  |  |  |  |  |
| 11 | 1# | 0.68 | 0.62 | 0.63 | 0.61 | 0.65 |  |  |  |  |  |  |
| 2# | 8.96 | 9.18 | 9.52 | 9.03 | 9.98 |  |  |  |  |  |  |
| 3# | 1.82 | 1.72 | 1.85 | 1.81 | 1.72 |  |  |  |  |  |  |
| 4# | 17.38 | 17.04 | 17.09 | 17.32 | 17.25 |  |  |  |  |  |  |
| 5# | 4.45 | 4.49 | 4.04 | 4.82 | 4.93 |  |  |  |  |  |  |
| 12 | 1# | 0.50 | 0.63 | 0.63 | 0.59 | 0.60 | 0.56 | 0.58 |  |  |  |  |
| 2# | 7.94 | 8.89 | 8.22 | 7.79 | 8.04 | 8.57 | 8.39 |  |  |  |  |
| 3# | 1.88 | 1.66 | 1.75 | 1.82 | 1.85 | 1.90 | 1.66 |  |  |  |  |
| 4# | 16.63 | 16.47 | 16.59 | 17.41 | 16.74 | 19.10\*\* | 16.56 |  |  |  |  |
| 5# | 4.75 | 4.26 | 4.19 | 4.25 | 4.55 | 4.38 | 3.88 |  |  |  |  |
| 13 | 1# | 0.55 | 0.61 | 0.65 | 0.60 | 0.56 | 0.62 | 0.58 |  |  |  |  |
| 2# | 9.78 | 9.10 | 8.94 | 9.42 | 9.58 | 9.28 | 9.39 |  |  |  |  |
| 3# | 1.85 | 1.68 | 1.77 | 1.94 | 1.81 | 1.71 | 1.86 |  |  |  |  |
| 4# | 17.40 | 16.80 | 15.90 | 17.00 | 17.10 | 17.20 | 16.70 |  |  |  |  |
| 5# | 4.23 | 4.29 | 4.47 | 4.56 | 4.15 | 4.38 | 4.69 |  |  |  |  |

表A.3 钯的精密度试验原始数据 g/t

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 实验室 |  次数水平数 | n |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
| 1 | 1# | 2.56 | 2.51 | 2.56 | 2.49 | 2.54 | 2.37 | 2.51 | 2.55 | 2.61 | 2.73 | 2.51 |
| 2# | 24.83 | 25.14 | 25.6 | 25.82 | 25.86 | 25.92 | 26.21 | 26.33 | 25.63 | 25.39 | 26.45 |
| 3# | 0.66 | 0.57 | 0.57 | 0.54 | 0.61 | 0.51 | 0.67  | 0.60  | 0.60  | 0.56  | 0.59  |
| 4# | 22.48 | 22.32 | 21.95 | 21.22 | 21.2 | 21.77 | 22.00  | 22.03  | 22.33  | 21.86  | 22.83  |
| 5# | 9.53 | 9.54 | 10.22 | 10.35 | 10.22 | 10.58 | 10.11  | 10.46  | 9.80  | 11.00  | 10.68  |
| 2 | 1# | 2.63  | 2.69  | 2.77  | 2.75  | 2.72  | 2.64  | 2.74  | 2.58  | 2.84  | 2.67  | 2.76  |
| 2# | 26.18  | 25.00  | 26.07  | 23.92  | 26.72  | 25.24  | 25.68  | 26.42  | 24.88  | 26.92  | 26.84  |
| 3# | 0.69  | 0.68  | 0.68  | 0.67  | 0.66  | 0.66  | 0.72  | 0.58  | 0.68  | 0.62  | 0.70  |
| 4# | 23.02  | 22.82  | 22.67  | 22.80  | 22.58  | 22.08  | 22.49  | 23.12  | 22.48  | 21.98  | 23.04  |
| 5# | 10.74 | 10.91 | 11.00  | 10.79 | 10.96 | 10.70  | 11.02 | 10.48 | 11.86 | 10.02 | 10.24 |
| 3 | 1# | 2.566 | 2.325 | 2.388 | 2.364 | 2.425 | 2.302 | 2.388 |  |  |  |  |
| 2# | 24.74 | 25.18 | 24.34 | 25.52 | 26.31 | 25.36 | 24.84 |  |  |  |  |
| 3# | 0.645 | 0.638 | 0.617 | 0.599 | 0.603 | 0.530\* | 0.635 |  |  |  |  |
| 4# | 22.82 | 23.18 | 22.69 | 22.13 | 22.64 | 22.21 | 22.56 |  |  |  |  |
| 5# | 10.39 | 10.63 | 9.968 | 10.37 | 10.33 | 10.6 | 10.58 |  |  |  |  |
| 4 | 1# | 2.62  | 2.64  | 2.44  | 2.48  | 2.67  | 2.42  | 2.39  | 2.54  | 2.52  | 2.66  | 2.45  |
| 2# | 25.66  | 25.39  | 25.88  | 25.69  | 25.78  | 26.11  | 25.69  | 26.50  | 25.88  | 25.48  | 26.36  |
| 3# | 0.56  | 0.65  | 0.63  | 0.69  | 0.68  | 0.59  | 0.59  | 0.58  | 0.67  | 0.73  | 0.68  |
| 4# | 22.15  | 22.56  | 22.11  | 21.58  | 22.05  | 22.48  | 21.58  | 21.88  | 22.22  | 22.98  | 21.87  |
| 5# | 8.69  | 9.55  | 10.10  | 9.98  | 10.85  | 10.98  | 9.89  | 10.69  | 10.58  | 10.79  | 10.89  |
| 5 | 1# | 2.72  | 2.66  | 2.71  | 2.69  | 2.73  | 2.68  | 2.78  |  |  |  |  |
| 2# | 25.95  | 26.39  | 26.38  | 25.10  | 25.93  | 25.76  | 26.66  |  |  |  |  |
| 3# | 0.62  | 0.63  | 0.60  | 0.60  | 0.65  | 0.65  | 0.64  |  |  |  |  |
| 4# | 21.95  | 22.21  | 21.26  | 21.35  | 22.13  | 20.94  | 21.88  |  |  |  |  |
| 5# | 11.16  | 11.14  | 11.23  | 11.02  | 11.18  | 10.99  | 10.94  |  |  |  |  |
| 6 | 1# | 2.63  | 2.68  | 2.78  | 2.72  | 2.51  | 2.55  | 2.75  |  |  |  |  |
| 2# | 26.86  | 26.20  | 28.14  | 27.96  | 28.56  | 27.51  | 27.06  |  |  |  |  |
| 3# | 0.67  | 0.61  | 0.70  | 0.68  | 0.69  | 0.64  | 0.61  |  |  |  |  |
| 4# | 23.34  | 23.54  | 23.54  | 23.23  | 22.44  | 23.23  | 22.88  |  |  |  |  |
| 5# | 10.85  | 10.82  | 11.10  | 10.84  | 10.39  | 10.44  | 11.05  |  |  |  |  |
| 7 | 1# | 2.46 | 2.49 | 2.52 | 2.42 | 2.5 | 2.55 | 2.44 |  |  |  |  |
| 2# | 24.95 | 24.51 | 25.24 | 24.55 | 24.6 | 24.25 | 24.7 |  |  |  |  |
| 3# | 0.61 | 0.62 | 0.61 | 0.62 | 0.58 | 0.64 | 0.63 |  |  |  |  |
| 4# | 21.47 | 21 | 21.33 | 20.9 | 20.98 | 21.25 | 21.3 |  |  |  |  |
| 5# | 9.9 | 9.8 | 9.97 | 10.22 | 10.14 | 10.24 | 10.05 |  |  |  |  |
| 8 | 1# | 2.55\*\* | 2.66  | 2.68  | 2.70  | 2.71  | 2.69  | 2.68  |  |  |  |  |
| 2# | 26.60  | 25.56  | 26.22  | 26.93  | 27.22  | 25.57  | 27.02  |  |  |  |  |
| 3# | 0.67  | 0.65  | 0.66  | 0.65  | 0.66  | 0.68  | 0.65  |  |  |  |  |
| 4# | 21.48  | 21.69  | 22.66  | 22.43  | 22.19  | 22.26  | 22.67  |  |  |  |  |
| 5# | 10.94  | 9.38\*\* | 11.04  | 11.08  | 11.12  | 11.00  | 11.25  |  |  |  |  |
| 9 | 1# | 2.55  | 2.51  | 2.59  | 2.62  | 2.49  | 2.63  | 2.61  |  |  |  |  |
| 2# | 26.60  | 26.47  | 27.67  | 27.02  | 26.87  | 27.51  | 27.02  |  |  |  |  |
| 3# | 0.59  | 0.62  | 0.66  | 0.62  | 0.59  | 0.66  | 0.61  |  |  |  |  |
| 4# | 23.67  | 22.20  | 23.31  | 22.41  | 23.47  | 22.42  | 23.42  |  |  |  |  |
| 5# | 10.90\* | 10.90\* | 11.00\* | 10.70\* | 9.29\* | 9.09\* | 10.70\* |  |  |  |  |
| 10 | 1# | 2.55 | 2.57 | 2.56 | 2.55 | 2.51 | 2.55 |  |  |  |  |  |
| 2# | 25.93 | 25.13 | 25.8 | 25.4 | 25.07 | 25.93 |  |  |  |  |  |
| 3# | 0.67 | 0.64 | 0.6 | 0.66 | 0.63 | 0.67 |  |  |  |  |  |
| 4# | 21.47 | 21.47 | 21.9 | 21.5 | 22.27 | 21.87 |  |  |  |  |  |
| 5# | 9.87 | 10.3 | 9.87 | 9.87 | 10.07 | 10.20 |  |  |  |  |  |
| 11 | 1# | 2.57 | 2.69 | 2.51 | 2.63 | 2.62  |  |  |  |  |  |  |
| 2# | 25.91 | 25.67 | 25.65 | 26.01 | 26.17  |  |  |  |  |  |  |
| 3# | 0.57 | 0.67 | 0.59 | 0.58 | 0.63  |  |  |  |  |  |  |
| 4# | 23.10 | 23.07 | 22.86 | 22.05 | 22.25  |  |  |  |  |  |  |
| 5# | 10.15 | 10.23 | 10.18 | 10.20 | 10.65\*\* |  |  |  |  |  |  |
| 12 | 1# | 2.61 | 2.59 | 2.59 | 2.59 | 2.50 | 2.62 | 2.44 |  |  |  |  |
| 2# | 24.00 | 24.00 | 25.58 | 25.44 | 24.60 | 24.85 | 25.83 |  |  |  |  |
| 3# | 0.61 | 0.69 | 0.66 | 0.69 | 0.66 | 0.61 | 0.66 |  |  |  |  |
| 4# | 20.90 | 21.78 | 21.93 | 22.22 | 22.22 | 22.82 | 22.71 |  |  |  |  |
| 5# | 10.03 | 9.83 | 10.20 | 9.70 | 10.61 | 10.72 | 9.70 |  |  |  |  |
| 13 | 1# | 2.41 | 2.56 | 2.66 | 2.55 | 2.45 | 2.55 | 2.53 |  |  |  |  |
| 2# | 26.50 | 25.60 | 24.70 | 26.30 | 26.60 | 25.80 | 26.10 |  |  |  |  |
| 3# | 0.64 | 0.57 | 0.59 | 0.60 | 0.63 | 0.58 | 0.62 |  |  |  |  |
| 4# | 21.00\*\* | 23.00\*\* | 21.30\*\* | 22.00\*\* | 20.50\*\* | 23.40\*\* | 22.40\*\* |  |  |  |  |
| 5# | 10.11 | 10.22 | 10.73 | 10.46 | 9.91 | 10.42 | 11.27 |  |  |  |  |