|  |  |
| --- | --- |
| ICS | 77.120.99 |
| CCS | H 68 |

|  |
| --- |
| YS |

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 955.2—XXXX

粗银化学分析方法
钯含量的测定
火焰原子吸收光谱法和

电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for Chemical analysis of crude silver－
　Determination of palladium content－
flame atomic absorption spectrometry and

Inductively Coupled Plasma Emission Spectrometry

XXXX - XX - XX发布

XXXX - XX - XX实施

中 华 人 民 共 和 国 工 业 和 信 息 化 部  发布

1. 前言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是YS/T 955《粗银化学分析方法》的第2部分。YS/T 955分为以下3个部分：

——第1部分：银量的测定 火试金法；

——第2部分：钯量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第3部分：金含量的测定 火试金富集-电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本文件是对YS/T 955.2-2014《粗银化学分析方法 第2部分：钯量的测定 火焰原子吸收光谱法》的修订。本文件与YS/T 955.2-2014相比主要变化如下：

——增加了方法2电感耦合等离子体发射光谱法。

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。

本标准起草单位

本标准主要起草人：。

1. 引言

粗银是银冶炼过程中的一种重要的中间产品，由各种含银物料冶炼形成的非精炼银，是制备银锭和硝酸银的主要原料。粗银中不仅含有主体银，富集有金和钯等贵金属，有很高的经济价值。建立一套针对粗银化学成分的分析方法标准是十分必要的。

YS/T 955《粗银化学分析方法》由3个部分构成。

——第1部分：银量的测定 火试金法；

——第2部分：钯量的测定 原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第3部分：金含量的测定 火试金富集-电感耦合等离子体原子发射光谱法；

本文件目的在于规范粗银中钯含量量的测试方法及其精密度。钯作为粗银钴中重要的有价元素，其含量多少影响其市场价值。因此，十分有必要针对钯含量的测定单独编制一个标准。本文件的制定为科学、准确的测定粗银的钯含量提供了依据，对于减少供需双方之间因检测误差造成的商业纠纷以及促进产品的贸易发展具有重要作用。

粗银化学分析方法

第2部分：钯含量的测定

原子吸收光谱法和电感耦合等离子原子体发射光谱法

**1 范围**

本标准规定了粗银中钯含量的测定方法。

本标准适用于粗银中钯含量的测定。方法1测定范围：100g/t~4000 g/t；方法2测定范围：20g/t~5000 g/t。

**2 方法1 原子吸收光谱法**

**2.1 方法提要**

采用火试金包铅灰吹，分离粗银中的贱金属杂质，钯富集于合粒中。合粒经硝酸分解,氯化银沉淀分离银，在5%混合酸介质中使用空气—乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长247.6nm处，测量钯的吸光度，计算钯量。

**2.2 试剂和材料**

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

2.2.1铅箔:纯铅(*w*Pd≥99.99%)厚度约0.1mm。

2.2.2盐酸（*ρ*1.19g/mL）。

2.2.3硝酸（*ρ*1.42g/mL）。

2.2.4冰乙酸（*ρ*1.42g/mL）。

2.2.5混合酸：盐酸（2.2.2）与硝酸（2.2.3）以体积比3︰1混合配制。

2.2.6稀混合酸（5+95）：取5份混合酸（2.2.5）与95份水混合配制。

2.2.7硝酸（1+7）。

2.2.8醋酸（1+3）。

2.2.9钯标准贮存溶液：称取0.1000g钯（wpd≥99.99%）于100mL烧杯中，加入20mL混合酸(2.2.5)，加热溶解后，加入5滴200g/L氯化钠溶液，于水浴上蒸至近干，加入20mL盐酸溶解，移入100mL容量瓶中，冷却至室温，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1000μg钯。

2.2.10钯标准溶液：移取10.00mL钯标准贮存溶液（2.2.9）于100mL容量瓶中，加10mL混合酸(2.2.5)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含100μg钯。

**2.3仪器与设备**

2.3.1分析天平：感量0.1mg。

2.3.2试金电炉。

2.3.3灰皿机。

2.3.4镁砂灰皿：顶部内径约35mm，底部外径约40mm，高30cm，深约17mm。

制法：85份镁砂与15份水泥（重量比）混匀，加入适量的水搅拌匀，在灰皿机（2.3.3）上压制成型，阴干两个月后备用。

2.3.5 瓷坩埚：容积为30mL。

2.3.6原子吸收光谱仪，附钯空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标的原子吸收光谱仪均可使用：

——特征浓度：在与测量试液的基本一致的溶液中，钯的特征浓度不大于0.1µg/mL。

——精密度：用最高浓度的标准溶液测量10次吸光度，其标准偏差应不超过平均吸光度的1.0%；用最低浓度的标准溶液（不是“零浓度”标准溶液）测量10次吸光度，其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的0.5%。

——工作曲线线性：将工作曲线按浓度等分为5段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比，应不小于0.7。

**2.4分析步骤**

**2.4.1 试料**

按表1称取试样，精确至0.0001g。

表1 试料称样量及定容体积

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 钯的质量分数（g/t） | 试料量（g） | 定容体积（mL） |
| ＞100～400 | 0.50 | 50 |
| ＞400～1000 | 0.30 | 100 |
| ＞1000～4000 | 0.20 | 200 |

**2.4.2 测定次数**

独立地进行两次测定，取其平均值。

**2.4.3 空白试验**

随同试料做空白试验。

**2.4.4 测定**

2.4.4.1灰吹

试料(2.4.1)包裹于5.0g铅箔中，放入已在900℃试金炉中预热20min～30min的灰皿中，关闭炉门1 min～2min，待熔铅脱膜后半开炉门，同时控制炉温在880℃进行灰吹，当合粒出现光辉点，灰吹即告结束。取出冷却后，取出合粒置于瓷坩埚（2.3.5）中。

2.4.4.2溶解

加10mL醋酸（2.2.8）于放置合粒的瓷坩埚中，加热微沸后，用水洗净合粒、烘干，将合粒锤平成薄片，放回原瓷坩埚中，加入约10mL热硝酸（2.2.7），于电热板上加热，保持近沸，使银溶解。待反应停止后继续加热5min～10min，小心倾出分金溶液于50mL烧杯中，用蒸馏水洗涤3次，洗涤液也合并于分金液中。加入2mL盐酸(2.2.2),加热微沸1 min～2min。冷却后，按表1转移至相应体积的容量瓶中，以稀混合酸（2.2.6）稀释至刻度，混匀。

2.4.4.3测定

取静置后的上清液（2.4.4.2），在火焰原子吸收光谱仪上，于波长247.6nm处，用空气—乙炔火焰，以水调零，测定试液及随同试料空白的吸光度。在工作曲线上查出相应的钯的质量浓度。

**2.5 工作曲线的绘制**

2.5.1移取0mL、0.50mL、1.00mL、2.00mL、3.00mL、4.00mL钯标准溶液（2.2.10）于一组100mL容量瓶中，用稀混合酸（2.2.6）稀释至刻度，混匀。

2.5.2 使用空气-乙炔火焰，在与试料测定相同条件下，于火焰原子吸收光谱仪波长247.6 nm处，以水调零，测量系列标准溶液的吸光度，减去“零”浓度溶液的吸光度，以钯的质量浓度为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

**2.6 试验数据处理**

钯含量以钯的质量分数wPd计，数值以g/t表示，按式（1）计算：

……………………………………………………………………………………（1）

式中：

*ρ*—— 自工作曲线上查得的测定溶液中钯的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*ρ*0——自工作曲线上查得空白溶液中钯的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*V*——试液定容体积，单位为毫升（mL）；

*m*——试料的质量，单位为克（g）。

计算结果表示到整数位。

**2.7精密度**

2.7.1重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（r），超过重复性限（r）的情况不超过5%，重复性限（r）按表2数据采用线性内插法求得。

表2

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Pd（g/t） | 203 | 438 | 1298 | 3429 |
| *r*（g/t） | 9 | 19 | 62 | 81 |
| 注：重复性限（*r*）为2.8×*Sr*，*Sr*为重复性标准差。 | | | | |

2.7.2再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限(*R*)，超过再现性限(*R*)的情况不超过5%。再现性限(*R*)按表3数据采用线性内插法求得。

表 3

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| wPd（g/t） | 203 | 438 | 1298 | 3429 |
| *R*（g/t） | 11 | 28 | 66 | 86 |
| 注：再现性限（*R*）为2.8×*SR*,*SR*为再现性标准差。 | | | | |

**3方法2 电感耦合等离子体原子发射光谱法**

3.1方法提要

采用火试金包铅灰吹，分离粗银中的贱金属杂质，钯富集于含银合粒中。合粒经硝酸分解，氯化银沉淀分离银，在5%混合酸介质中使用，于电感耦合等离子体发射光谱仪相应波长处，测量钯的发射强度，通过标准曲线法计算钯含量。

3.2 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蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.2.1铅箔:纯铅(*w*Pd≥99.99%)厚度约0.1mm。

3.2.2盐酸（*ρ*1.19g/mL）。

3.2.3硝酸（*ρ*1.42g/mL）。

3.2.4冰乙酸（*ρ*1.42g/mL）。

3.2.5混合酸：盐酸（3.2.2）与硝酸（3.2.3）以体积比3︰1混合配制。

3.2.6稀混合酸（5+95）：取5份混合酸（3.2.5）与95份水混合配制。

3.2.7硝酸（1+7）。

3.2.8醋酸（1+3）。

3.2.9钯标准贮存溶液：称取0.1000g钯（wpd≥99.99%）于100mL烧杯中，加入20mL混合酸(3.2.5)，加热溶解后，加入5滴200g/L氯化钠溶液，于水浴上蒸至近干，加入20mL盐酸溶解，移入100mL容量瓶中，冷却至室温，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1000μg钯。

3.2.10钯标准溶液：移取10.00mL钯标准贮存溶液（3.2.9）于100mL容量瓶中，加10mL混合酸(3.2.5)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含100μg钯。

3.3 仪器设备

3.3.1 分析天平：感量0.1mg。

3.3.2 试金电炉。

3.3.3 灰皿机。

3.3.4 镁砂灰皿：顶部内径约35mm，底部外径约40mm，高30cm，深约17mm。

制法：85份镁砂与15份水泥（重量比）混匀，加入适量的水搅拌匀，在灰皿机（3.3.3）上压制成型，阴干两个月后备用。

3.3.5 瓷坩埚：容积为30mL。

3.3.6 电感耦合等离子体发射光谱仪，在仪器最佳工作条件下，应满足下列要求：

——分辨率：200 nm时光学分辨率不大于 0.010 nm。

——仪器稳定性：用 1.00μg/mL 的钯标准溶液测量 11 次其发射强度的相对标准偏差均不超过 2.0%。

——钯元素推荐的分析谱线为340.458nm。

3.4 试验步骤

3.4.1试料

称取0.4 g样品，精确至0.0001 g。

3.4.2平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

3.4.3空白试验

随同试料做空白试验。

3.5 测定

3.5.1 灰吹：试料(3.4.1)包裹于15.0g铅箔中，放入已在900℃试金炉中预热20min～30min的灰皿中，关闭炉门1 min～2min，待熔铅脱膜后半开炉门，同时控制炉温在880℃进行灰吹，当合粒出现光辉点，灰吹即告结束。取出冷却后，取出合粒置于瓷坩埚（3.3.5）中。

3.5.2 溶解：加10mL醋酸（3.2.8）于放置合粒的瓷坩埚中，加热微沸后，用水洗净合粒、烘干，将合粒锤平成薄片，放回原瓷坩埚中，加入约10mL热硝酸（3.2.7），于电热板上加热，保持近沸，使银溶解。待反应停止后继续加热5min～10min，小心倾出分金溶液于50mL烧杯中，用蒸馏水洗涤3次，洗涤液也合并于分金液中。瓷坩埚中加入3mL混合酸(3.2.5),加热至金粒完全溶解，溶液转移至含分金液的50mL烧杯中，低温加热至烧杯中的溶液约1mL~2mL，冷却后转移至相应体积的容量瓶中，以稀混合酸（3.2.6）稀释至刻度，混匀。

3.5.3 测定：取静置后的上清液（3.5.2），在电感耦合等离子体发射光谱仪上，于波长340.458 nm处，以水调零，测定试液及随同试料空白的发射强度，在工作曲线上查出相应的钯的质量浓度。

3.6 工作曲线绘制

3.6.1 移取0mL、0.20mL、1.00mL、2.00mL、3.00mL、4.00mL钯标准溶液（3.2.10）于一组100mL容量瓶中，用稀混合酸（3.2.6）稀释至刻度，混匀。。

3.6.2 在与试料测定相同条件下，于电感耦合等离子体发射光谱仪波长340.458 nm处，以水调零，测量系列标准溶液的发射强度，减去“零”浓度溶液的发射强度，以钯的质量浓度为横坐标，发射强度为纵坐标绘制工作曲线。

3.7 试验数据处理

钯含量以钯的质量分数*w*Pd计，数值以g/t表示，按公式（2）计算：

……………………………（2）

式中：

*ρ*—— 自工作曲线上查得的测定溶液中钯的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*ρ*0——自工作曲线上查得空白溶液中钯的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*V*——试液定容体积，单位为毫升（mL）；

*m*——试料的质量，单位为克（g）；

计算结果表示到整数位。

3.8精密度

3.8.1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，在表1给出的平均值范围内，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5数据采用线性内插法或外延法求得。精密度实验原始数据参见附录A。

表5 重复性限

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Pd/（g/t） | 38 | 89 | 751 | 1167 | 1790 | 4641 |
| *r*/（g/t） | 2 | 4 | 15 | 27 | 37 | 74 |

3.8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表2给出的平均值范围内，两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（*R*），超过再现性限（*R*）的情况不超过5%，再现性限（*R*）按表6数据采用线性内插法或外延法求得。精密度实验原始数据参见附录A。

表6 再现性限

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Pd/（g/t） | 38 | 89 | 751 | 1167 | 1790 | 4641 |
| *R*/（g/t） | 3 | 7 | 33 | 77 | 87 | 133 |

3.9 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

——试验对象；

——本文件编号；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——观察到的异常现象；

——试验日期。