银化学分析方法

第7部分：金和钯量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

编制说明

（审定稿）

**大冶有色设计研究院有限公司**

2023年12月

银化学分析方法

第7部分：金、钯量的测定

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任务来源

根据国标委【2022】22号文件精神，全国有色金属标准化技术委员会于2022年11月3日于厦门召开有色金属标准工作会议，会议确定了《银化学分析方法第7部分：金、钯量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》的制定工作由大冶有色设计研究院有限公司牵头起草和南京市产品质量监督检察院参与起草，落实了验证单位及各项工作时间进度要求（会议纪要见有色标秘【2022】22号），该项目由全国有色金属标准化技术委员会归口，计划编号：国标委【2022】 22号（20220712-T-610），项目周期为24个月，项目计划完成年限为2024年。

1.2制定背景

随着贵金属交易市场的开放，银锭交易中质量纠纷日益增多，因此准确测定银中金和钯极为重要。目前的国家标准方法（GB/T11067-2006银化学分析方法）只测定了铜、铋、铁、铅、锑、硒、碲7个杂质元素，实际贸易需求中，银中杂质元素的含量是影响产品质量和冶炼价值的重要因素，其检测需求在生产和贸易中备受关注。各检验机构一般按照2007年发布实施的GB/T11067系列银化学分析方法对其中成分进行检测，但该系列标准方法没有金和钯的测定方法，现需增加银中金和钯分析方法。

1.2.1目的和意义

1.2.2项目的必要性阐述

《银化学分析方法第7部分：金和钯量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》是配套银化学分析方法的国家标准而起草的产品分析检测标准。

金和钯是贵金属。金不仅是用于储备和投资的特殊通货，同时又是首饰业、电子业、现代通讯、航天航空业等部门的重要材料。钯是航天、航空、航海、兵器和核能等高科技领域以及汽车制造业不可缺少的关键材料，也是国际贵金属投资市场上的不容忽略的投资品种。金和钯的市场价格远高于银。

银是贵金属中相对便宜的一种金属，除用于饰品、货币外，还广泛应用于照相业、电子工业、化学工业、医药工业及国防工业等领域。国内独立银矿资源的较少，大部分是伴生银矿，主要伴生在金、铅、锌、铜矿床，也有镍、钨、锡、钼等矿床。铜、铋、铁、铅、锑、钯、硒、碲是纯银中的主要杂质元素，通过调研金钯元素也有测定需要。随着银市场的开放，银锭交易中质量纠纷日益增多，因此，准确测定银中金，钯极为重要。银中杂质元素的含量是影响产品质量和冶炼价值的重要因素，其检测需求在生产和贸易中备受关注。但GB/T11067系列标准方法没有金和钯的测定方法，现需增加银中金和钯的分析方法，以满足各检测机构对统一的检测依据的需求，以满足国内国际交易的需求。

1.2.3项目的可行性阐述

该方法通过多项条件实验，精密度、回收实验均达到要求，电感耦合等离子体原子发射光谱法已广泛应用于其他物料。

1.2.3.1 标准的适用范围

本方法适用于含有金、钯的银屑，测定范围为：金0.0002%～0.050%，钯：0.0002%～0.050%。

1.2.3.2拟要解决的主要问题

随着银市场的开放，银锭交易中质量纠纷日益增多，因此，准确测定银中金、钯极为重要。银中杂质元素的含量是影响产品质量和冶炼价值的重要因素，其检测需求在生产和贸易中备受关注。各检测机构需要统一的检测依据，国内国际交易的需求，都急需银中金、钯的分析方法，但GB/T11067系列标准方法没有金和钯的测定方法，现需增加银中金和钯的分析方法。

1.2.3.3国内外标准情况

银中的金、钯检测方法现还没有国家标准或行业标准予以规定，国外也无此类标准方法。目前一般的银中金、钯分析方法主要参考粗银、银精矿的分析方法。

本标准是与银的产品标准配套的检测分析标准，该方法的建立，填补了银标准化检测分析的空白，可达到国际、国内先进水平。

完善银标准标准体系，规范行业的检测方法，促进行业的科技进步，使我国全面提升银加工水平、加快产品结构调整和技术进步有着更大的发展。

1.3主要参加单位和工作成员所作的工作

1.3.1 主要参加单位情况

大冶有色设计研究院有限公司是中色大冶的全资子公司，独立法人，创建于1960年。主要从事有色冶金行业设计、建筑工程设计、工程总承包、工程咨询、矿产品分析测试、安全检测、环境检测、工程勘察、工程测量、探矿、科研和技术服务等业务。

1.3.2 主要工作成员所负责的工作情况

本标准主要起草人及工作职责见表1。

表1 本标准主要起草人及工作职责

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 单位名称 | 人员 | 分工 |
| 1 | 大冶有色设计研究院有限公司 |  | 负责调研、实验方案的拟定、标准起草及标准文本的编制、样品的准备与提供、组织协调工作。 |
| 2 | 南京市产品质量监督检察院 |  | 参与方案立项、实验方案修改意见、提供相关的验证数据 |
| 3 | 北京达博有色金属焊料有限责任公司 |  | 参与标准起草、资料收集、提供相关的验证数据 |
| 4 | 中船黄冈贵金属有限公司 |  | 参与标准起草、资料收集、提供相关的验证数据 |
| 5 | 江西铜业股份有限公司 |  | 参与标准起草、资料收集、提供相关的验证数据 |
| 6 | 福建紫金矿冶测试技术有限公司 |  | 参与标准起草、资料收集、提供相关的验证数据 |
| 7 | 金川集团股份有限公司 |  | 参与标准起草、资料收集、提供相关的验证数据 |
| 8 | 山东招金金银精炼有限公司 |  | 参与标准起草、资料收集、提供相关的验证数据 |
| 9 | 中国有色桂林矿产地质研究院有限公司 |  | 参与标准起草、资料收集、提供相关的验证数据 |
| 10 | 国标（北京）检验认证集团广西有限公司 |  | 参与标准起草、资料收集、提供相关的验证数据 |
| 11 | 北京有色金属与稀土应用研究所有限公司 |  | 参与标准起草、资料收集、提供相关的验证数据 |
| 12 | 云南黄金矿业集团贵金属检测有限公司 |  | 参与标准起草、资料收集、提供相关的验证数据 |
| 13 | 贵研检测科技云南有限公司 |  | 参与标准起草、资料收集、提供相关的验证数据 |
| 14 | 中金岭南有色金属股份有限公司 |  | 参与标准起草、资料收集、提供相关的验证数据 |
| 15 | 铜陵有色金属集团控股有限公司 |  | 参与标准起草、资料收集、提供相关的验证数据 |
| 16 | 江苏北矿金属循环利用科技有限公司 |  | 参与标准起草、资料收集、提供相关的验证数据 |
| 17 | 山东恒邦冶炼股份有限公司 |  | 参与标准起草、资料收集、提供相关的验证数据 |
| 18 | 云南铜业股份有限公司 |  | 参与标准起草、资料收集、提供相关的验证数据 |

1.4 起草过程

1.4.1预研阶段

2021年1月-2021年12月，起草单位对《银中金和钯含量的测定电感耦合等离子体原子发射光谱法》的含量范围及各企业所用方法以电话和书面问卷进行了全面调研，确定了含量范围和初步方案，经过为期近1年的试验和生产实际应用，确定方案准确度高，精密度好，于是向全国有色金属标准化技术委员会提交了立项建议书。

1.4.2标准立项

20221年全国有色金属标准化技术委员会召开了项目论证，该项目的论证结论：亟待建立银中金和钯含量的测定方法，来指导生产和规范贸易。2021年，全国有色金属标准化技术委员会向工信厅提出了立项申请，2022年，工信厅下发计划（国标委【2022】22号（20220712-T-610）），项目周期为24个月，项目计划完成年限为 2024年。

1.4.3起草阶段

2022年11月，有色金属标准工作会议对标准计划《银中金和钯含量的测定》进行任务落实。会议确定了标准制定的起草单位和验证单位，落实了标准制定项目的进度安排和分工。样品由北京达博有色金属焊料有限责任公司提供。由大冶有色设计研究院有限公司负责制备、准备（包括均匀性、粒度等），提供了5个水平试验样品。

大冶有色设计研究院有限公司在接到任务后立即组织技术人员成立了标准编制组，制定了该标准的研究内容、技术路线、任务分工和进度安排。在拟制定分析方法开展了多方调研、资料收集后进行试验工作，包括银对钯的吸附、酸度的影响、共存元素干扰等的研究，形成了标准文本、试验报告和编制说明的讨论稿。2023年9月将完成的试验报告发至各验证单位，各单位开始验证工作，在此期间起草单位根据各单位反馈情况，不断优化试验，确定了最终试验报告和方法文本。

1.4.4征求意见阶段

**1.4.4.1 讨论会**

2023年9月25日~27，由全国有色金属标准化技术委员会组织在重庆召开标准工作会议，会上对《银化学分析方法第7部分：金和钯量的测定电感耦合等离子体原子发射光谱法》进行了讨论。验证单位对标准文本及方法确定的技术条件进行了讨论，提出以下建议：

1、分析方法英文部分“Part X”更改为“Part 7”；

2、系列标准要加“引言”部分；

3、增加“7 样品”

4、“5 试剂”更改为“5 试剂和材料”；

5、试剂和材料部分增加“5.14 纯金和5.15纯钯”；

6、纯水和二级水的表述建议合二为一；

7、仪器设备增加“天平和离心机”；

8、增加样品前处理过程；

9、8.1样品含量“0.0012%~0.0050%、0.0050%~0.010%、0.01%~0.050%”前面增加“>”；

10、8.3.1“加0.04~0.06g纸浆（约大拇指指甲盖大）”更改为“少许滤纸浆”；

11、8.4.1系列标准工作溶液建议梯度“0 mL、0.25、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.50 mL、5.00 mL、10.00 mL”更改为“0 mL、0.25、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL”；

12、8.3.1酸度过低和8.3.2低温溶解步骤导致样品溶解时间过长，建议使用离心机进行过滤分离。

讨论会后，针对18家验证单位有无离心机和砂芯漏斗微滤系统设备，以及18家验证单位是否同意采用离心机或砂芯漏斗分离进行意见征集，征求意见结论是采用原方法进行分离。针对1#样品用1+7硝酸溶解时间过长，补充了样品溶解条件试验。

**1.4.4.2 预审会**

 2023年11月1-4日由全国有色金属标准化技术委员会组织在昆明召开标准工作会议，来自全国25个单位40余名代表参加了会议，会议对标准预审稿进行了认真、热烈的讨论，提出如下建议：

1.1范围中“测定范围：金：0.0002 %～0.050 %，钯:0.0002 %～0.050 %”改为“测定范围：0.0002 %～0.050 %”；

2、5试剂材料中“p”格式调整为希腊字母“*ρ*”；

1. “5.9 混合酸（盐酸：硝酸=3:1）”改为“5.9混合酸（3体积盐酸和1体积硝酸，现配现用）”；
2. 5.13中“100μg金，100μg钯”改为“100μg金、100μg钯”；
3. 删掉6.1；
4. 删掉6.3中推荐波长表，改为“推荐分析谱线Au242.7nm、Pd340.4nm”；
5. 8.1中表2保留含量和称样量，其余移至8.3；
6. 8.3中文字表述顺序调整，加小标题；
7. 删掉8.3.2中“例如”，“热稀盐酸（5.6）”改为“热盐酸”；
8. 8.3.3中“波长267.59nm、340.458nm处”改为“推荐波长处”；
9. 删掉8.3.3“扣除空白值”；
10. 8.4.1“10.00 mL金和钯混合标准溶液（5. 13）”后面增加“选择合适的标准溶液覆盖待测溶液浓度”；
11. 10中“数据采用线性外延法求得”改为“数据采用线性内插法或外延法求得”。
	* + 1. 审定会

2023年12月18-21日，由全国有色金属标准化技术委员会组织在成都召开标准工作会议，会上对《银化学分析方法第7部分：金和钯量的测定电感耦合等离子体原子发射光谱法》进行了讨论，提出以下建议：

1.4.4.4发函征求意见：共发征求意见函份，其中用户单位份，占比 %；科研院所份，占比 %；经销商份，占比 %；检验院所份，占比 %；大专院校份，占比 %；回函份，回函有意见或建议的单位份。根据征求意见稿的回函情况，针对反馈意见，编写了《标准征求意见稿意见处理汇总表》，详细内容见《标准征求意见稿意见处理汇总表》。

编制组根据意见，对标准进行修改和完善，形成了标准《送审稿》及《编制说明》。

1.4.5审查阶段

1. 技术专家审查

20XX年X月XX～XX日在XX省XX市，由全国有色金属标准化技术委员会主持，召开了《XXX》标准审定会，共有xx个单位的xx名专家（详见有色金属标准审定会专家签名表）参加了会议。

与会专家对 《XXXX》标准的送审稿进行了认真审定，提出了xx条修改意见，编制小组会后按照专家的修改意见进行了修改，完善了《送审稿》及《送审稿编制说明》。

1. 委员审查

20xx年xx月xx日，全国有色金属标准化技术委员会在XX省XX市召开了全体委员会议。全国有色金属标准化技术委员会重金属分技术委员会（SAC/TC243/SC2）全体委员共计 66名，实际参与投票工作 XX名。会议经过认真的讨论，对《xxxx》标准制修订程序、征求意见的过程以及技术内容的确定等多方面进行了仔细审查。与会XX名委员全体投票通过，同意该标准《送审稿》及和《送审稿编制说明》通过审查，无修改意见，表决通过率为100%。形成标准《报批稿》及《报批稿编制说明》。

1.4.6委员电子投票阶段

20xx年xx月xx日至20xx年xx月xx日，由全国有色重金属标准化分技术委员会在全国专业标准化技术委员会工作平台发起了本标准《报批稿》及《报批稿编制说明》委员投票，该委员会有委员 人，XX人投赞成票，不赞成为X和弃权票为X，投赞成票率为 XX%。

1.4.7报批阶段

标准编制组按照审查意见对标准文本进一步完善后，于xx月底形成标准报批稿上报至国家标准化管理委员会审批、发布。

二、编制原则

符合性：本标准严格根据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》和GB/T 20001.4-2015《标准编写规则第4部分：试验方法标准》的要求进行编写；并按照GB/T 6379.2-2004《测量方法与结果的准确度》进行数理统计分析。

适用性和先进性：根据国际标准，确定测定方法及测定范围，提高本标准的适用性。通过充分调研，采用操作简便、灵敏度高精密度和准确度好、在行业内普及的分析方法，能很好的满足行业对银中金、钯含量的分析测试要求，提高了本标准的可操作性和先进性。

三、标准主要技术内容的确定依据及主要试验和验证情况分析

3.1仪器条件

谱线选择Au242.7、Pd340.4。由于各家仪器型号不同，选择仪器最佳状态即可。

**大冶有色：**仪器型号：赛默飞ICP7200

表 1 仪器工作参数

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| RF功率 （W） | 雾化器气体流量 （L/min） | 观测高度 （mm） | 辅助气体 流量 （L/min） | 泵稳定时间 （s） | 分析泵速 （rpm） |
| 1150 | 0.7 | 12 | 0.5 | 8 | 50 |

3.2 检出限和定量限

**大冶有色**：检出限的数值是是空白试样的标准偏差的3倍，定量限是以10倍空白信号值的标准偏差所对应的浓度（或质量）。见下表2

表2检出限和定量限（ug/mL）

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 元素 | Au | Pd |
| 测定值/ ug/mL | 0.0072 | -0.0052 |
| 0.0029 | -0.0015 |
| 0.0025 | -0.0015 |
| 0.0053 | -0.0017 |
| 0.0016 | -0.0081 |
| -0.0045 | -0.0064 |
| -0.0002 | 0.0026 |
| -0.0037 | -0.0042 |
| -0.0015 | -0.0049 |
| 0.001 | -0.0018 |
| 0.0071 | -0.0037 |
| 标准偏差 | 0.004  | 0.003  |
| 检出限/ug/ml | 0.012  | 0.009  |
| 定量限/ug/ml | 0.04 | 0.029 |

本实验最低点实际样品中的金和钯浓度均为0.4ug/mL，高于检出限，可以满足检测需求。

**达博：检出限和定量限**

表3 达博检出限和定量限

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 元素 | Au | Pd |
| 测定值/ ug/mL | -0.017 | -0.001 |
| -0.019 | -0.001 |
| -0.019 | -0.001 |
| -0.019 | -0.001 |
| -0.018 | -0.001 |
| -0.019 | -0.001 |
| -0.019 | -0.001 |
| -0.020 | -0.001 |
| -0.020 | -0.001 |
| -0.019 | -0.001 |
| -0.019 | -0.002 |
| 标准偏差 | 0.0008 | 0.003 |
| 检出限/ug/ml | 0.0024 | 0.009 |
| 定量限/ug/ml | 0.024 | 0.090 |

本实验最低点实际样品中的金和钯浓度均为0.4ug/mL，高于检出限，可以满足检测需求。

**江铜**：

表4 江铜检出限和定量限

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 元素 | Au | Pd |
| 测定值/ ug/mL | 0.0016 | -0.0054 |
| 0.0025 | 0.0020 |
| 0.0012 | -0.0023 |
| 0.0013 | 0.0014 |
| 0.0027 | -0.0034 |
| -0.0004 | -0.0012 |
| -0.0011 | -0.0046 |
| 0.0049 | 0.0032 |
| 0.0018 | -0.0031 |
| -0.0020 | -0.0044 |
| 0.0002 | 0.0020 |
| 标准偏差 | 0.002 | 0.003 |
| 检出限/ug/ml | 0.058 | 0.009 |
| 定量限/ug/ml | 0.019 | 0.031 |

本实验最低点实际样品中的金和钯浓度均为0.4ug/mL，高于检出限，可以满足检测需求。

3.3盐酸溶液（1+4）的用量

为了让银完全沉淀，按照分析步骤，改变2.3.2条件中的盐酸（2.2.5）用量，用银屑（银含量≥99.99%）对盐酸（1+4）的用量进行试验，针对不同称样量加入不同量的盐酸溶液，确定盐酸溶液的用量，现象如下表5，本实验选择用量见下表5。

表5 盐酸的用量

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 称样量/g | 现象 | 盐酸溶液的用量/mL |
| 1 | 盐酸滴加至7-8mL时不再产生沉淀 | 10 |
| 3 | 盐酸滴加至10-15mL时不再产生沉淀 | 18 |
| 5 | 盐酸滴加至18-22mL时不再产生沉淀 | 25 |

3.4 定容酸度

在其他条件一定的情况下，配置金和钯混合标准溶液1.00、5.00ug/mL，介质分别为2%、5%、10%、15%盐酸和10%王水、10%硝酸，分析对金和钯测定的影响。结果见下表6，综合考虑分离银基体厚的溶液中残留少部分银，本实验选择10%盐酸介质。

表6定容酸度试验

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Au、Pd理论值/ug/ml | 1.00 | 5.00 |
| 　 | Au | Pd | Au | Pd |
| 2%盐酸 | 1.030 | 1.026 | 5.027 | 5.036 |
| 5%盐酸 | 0.9987 | 1.003 | 5.027 | 5.021 |
| 10%盐酸 | 1.009 | 1.008 | 4.997 | 4.959 |
| 15%盐酸 | 1.003 | 0.993 | 4.922 | 4.877 |
| 10%王水 | 1.051 | 0.9968 | 4.960 | 5.049 |
| 10%硝酸 | 0.9797 | 0.9914 | 4.854 | 4.920 |

3.5残银量对金和钯测定的影响

配置Au、Pd 混合标准溶液浓度分别为 0.50、1.00、2.50 、5.00μg/mL ，分别加入银标准溶液，使银的浓度分别为 0、2、5、10、20 μg/mL，待测液酸度为5%盐酸，待测液体积为 100 mL，上机测定，分析对金和钯回收率的影响。

表7残银量对金和钯的试验

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 银基体浓度Au、Pd/ug/ml | 5 ug/ml | 10 ug/ml | 20ug/ml |
| Au | Pd | Au | Pd | Au | Pd |
| 1.00 | 0.991 | 0.983 | 0.986 | 0.962 | 0.969 | 0.961 |
| 5.0 | 4.986 | 4.967 | 4.953 | 4.911 | 4.986 | 4.978 |

由表5中数据看出高至20ug/mL的银残余量对金和钯的测定没有影响。

3.6银对钯的吸附试验

**大冶有色**：为了考察对钯的测定影响，称取1.0、3.0、5.0、10.0g银屑（银含量≥99.99，且不含金和钯），加入不同量的钯标准溶液（5%硝酸介质），按2.3.3.5～2.3.3.7处理，结果见下表8。

表8钯的吸附试验

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 纯银量/g | 定容体积/mL | 钯加入量/ug | 测得钯量/ug | 回收率/% |
| 10.0 | 25 | 20.00 | 20.02 | 100.1 |
| 120.0 | 115.3 | 96.05 |
| 5.0 | 50 | 50 | 54.8 | 109.6 |
| 300 | 291.2 | 97.07 |
| 3.0 | 100 | 50.0 | 49.34 | 98.68 |
| 300 | 282.3 | 94.1 |
| 1g | 100 | 100 | 103.2 | 103.2 |
| 500 | 513.6 | 102.5 |

由表6中结果表明，钯量的回收率在94.1-103.2%，分离银沉淀的过程对钯的测定没有影响。

**达博**：银对钯的吸附试验

**表9钯的吸附试验（已做验证，数据如表）**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 纯银量/g | 定容体积/mL | 钯加入量/ug | 测得钯量/ug | 回收率/% |
| 10.0 | 25 | 20.00 | 19.87 | 99.35 |
| 120.0 | 117.40 | 97.83 |
| 5.0 | 50 | 50 | 50.16 | 100.32 |
| 300 | 294.3 | 98.10 |
| 3.0 | 100 | 50.0 | 48.67 | 97.34 |
| 300 | 288.40 | 96.13 |
| 1g | 100 | 100 | 97.39 | 97.39 |
| 500 | 500.26 | 100.05 |

**江铜：**银对钯的吸附试验

表10钯的吸附试验

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 纯银量/g | 定容体积/mL | 钯加入量/ug | 测得钯量/ug | 回收率/% |
| 10.0 | 25 | 20.00 | 20.10 | 100.5 |
| 120.0 | 113.7 | 94.75 |
| 5.0 | 50 | 50 | 49.81 | 99.62 |
| 300 | 285.3 | 95.1 |
| 3.0 | 100 | 50.0 | 48.90 | 97.8 |
| 300 | 291.5 | 97.17 |
| 1g | 100 | 100 | 97.1 | 97.1 |
| 500 | 487.7 | 97.54 |

由表10中结果表明，钯量的回收率在94.75-100.5%，分离银沉淀的过程对钯的测定没有影响。

3.7共存元素金对钯测定的干扰

移取金、钯标准溶液，即杂质元素加入量为杂质元素最高量的三倍进行加入，定容至 100mL，上机，分析金对钯回收率的影响。表11中结果表明，每100mL溶液中含有240、1500ug金时，分别对80、500ug钯的测定没有明显影响。

表11金的干扰试验

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 干扰元素金加入量/ug | 钯量/ug | 钯测定值/ug/mL | 回收率/% |
| 240 | 80 | 0.800 | 100.0 |
| 1500 | 500 | 4.959 | 99.1 |

3.8共存元素钯对金测定的干扰实验

移取金、钯标准溶液，即杂质元素加入量为杂质元素最高量的三倍进行加入，定容至 100mL，上机，分析钯对金回收率的影响。

表12钯的干扰试验

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 干扰元素钯加入量/ug | 金加入量/ug | 金测定值/ug/mL | 回收率/% |
| 240 | 80 | 0.805 | 100.6  |
| 1500 | 500 | 5.008 | 100.2  |

表12中结果表明，每100mL溶液中含有240、1500ug钯时，分别对80、500ug金的测定没有明显影响。

3.9银锭中其他可能出现元素的光谱干扰

移取2、10mL金和钯混合标准溶液（50ug/mL），分别移取铜、铁、铅、铋、锑、硒、碲、铝、砷、镉、铬、锰、镁、镍、铂、硅、锡、锌标准溶液，即干扰元素加入量为目标元素含量的 1 倍、2 倍、3 倍，进行纯标准加标回收，定容至 100mL，上机测定，分析对金和钯回收率的影响。

表113其他元素干扰试验

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 干扰元素加入量/ug | 金和钯加入量/ug | 金测定值/ug/mL | 金回收率/% | 钯测定值/ug/mL | 钯回收率/% |
| 100 | 100 | 0.9954 | 99.54 | 0.9909 | 99.09 |
| 200 | 100 | 1.0030 | 100.30 | 0.9772 | 97.72 |
| 300 | 100 | 1.0160 | 101.60 | 0.9810 | 98.10 |
| 500 | 500 | 4.9200 | 98.40 | 4.9140 | 98.28 |
| 1000 | 500 | 4.9040 | 98.08 | 4.8970 | 97.94 |
| 1500 | 500 | 4.9200 | 98.40 | 4.8570 | 97.14 |

表113中结果表明，，每 100 mL 溶液中含有 18种干扰元素（铜、铁、铅、铋、锑、硒、碲、铝、砷、镉、铬、锰、镁、镍、铂、硅、锡、锌）且各个干扰元素含量为 100μg 和500μg时，对 100μg、500μg金和钯的含量测定无明显影响。

3.10 精密度

选取5个样品，按照分析步骤对每个样品测定 7 份，计算平均值、标准偏差、相对标准偏差。实验结果见表14、15。

表14金精密度试验

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 实验室 | 次数 | Au-水平 j |
| 1  | 2 | 3 | 4 | 5 |
| 1、大冶有色设计研究院有限公司 （起草单位） | 1 | 0.00020  | 0.00148 | 0.00302 | 0.0144  | 0.0526  |
| 2 | 0.00020  | 0.00148 | 0.00312 | 0.0150  | 0.0491  |
| 3 | 0.00021  | 0.00168 | 0.00296 | 0.0149  | 0.0515  |
| 4 | 0.00019  | 0.00141 | 0.00297 | 0.0136  | 0.0520  |
| 5 | 0.00020  | 0.0016 | 0.00294 | 0.0140  | 0.0516  |
| 6 | 0.00020  | 0.00151 | 0.00309 | 0.0144  | 0.0529  |
| 7 | 0.00020  | 0.0016 | 0.00306 | 0.0151  | 0.0516  |
| 均值 | 0.00020  | 0.00154  | 0.00302  | 0.01449  | 0.05161  |
| s | 0.00001  | 0.00009  | 0.00007  | 0.00056  | 0.00123  |
| 2、南京市产品质量监督检查院 （联合起草） | 1 | 0.00016  | 0.00150  | 0.00300  | 0.01460  | 0.05110  |
| 2 | 0.00015  | 0.00160  | 0.00027  | 0.01422  | 0.05070  |
| 3 | 0.00021  | 0.00150  | 0.00270  | 0.01400  | 0.05120  |
| 4 | 0.00020  | 0.00150  | 0.00230  | 0.01370  | 0.05110  |
| 5 | 0.00014  | 0.00150  | 0.00270  | 0.01403  | 0.05210  |
| 6 | 0.00015  | 0.00170  | 0.00270  | 0.01421  | 0.05210  |
| 7 | 0.00018  | 0.00170  | 0.00270  | 0.01371  | 0.05180  |
| 均值 | 0.00017  | 0.00157  | 0.00234  | 0.01407  | 0.05144  |
| s | 0.00003  | 0.00009  | 0.00093  | 0.00031  | 0.00055  |
| 3、北京达博有色金属焊料有限责任公司 （一验单位） | 1 | 0.00020  | 0.0014  | 0.0026  | 0.0136  | 0.0479  |
| 2 | 0.00019 | 0.0015  | 0.0027  | 0.0138  | 0.0486  |
| 3 | 0.00019 | 0.0015  | 0.0028  | 0.0138  | 0.0468  |
| 4 | 0.00020  | 0.0016  | 0.0026  | 0.0135  | 0.0470  |
| 5 | 0.00020  | 0.0015  | 0.0027  | 0.0133  | 0.0473  |
| 6 | 0.00019 | 0.0015  | 0.0028  | 0.0137  | 0.0469  |
| 7 | 0.00020  | 0.0014  | 0.0027  | 0.0135  | 0.0476  |
| 均值 | 0.00020  | 0.0015  | 0.0027  | 0.0136  | 0.0474  |
| s | 0.00001  | 0.00007  | 0.00008  | 0.00018  | 0.00065  |
| 4、中船黄冈贵金属有限公司（一验单位） | 1 | 0.00017  | 0.0012  | 0.0028  | 0.0145  | 0.0480  |
| 2 | 0.00021  | 0.0014  | 0.0030  | 0.0149  | 0.0493  |
| 3 | 0.00023  | 0.0012  | 0.0031  | 0.0147  | 0.0483  |
| 4 | 0.00019  | 0.0014  | 0.0030  | 0.0138  | 0.0483  |
| 5 | 0.00018  | 0.0014  | 0.0031  | 0.0139  | 0.0541  |
| 6 | 0.00017  | 0.0014  | 0.0030  | 0.0149  | 0.0508  |
| 7 | 0.00020  | 0.0015  | 0.0029  | 0.0145  | 0.0498  |
| 均值 | 0.00019  | 0.00135  | 0.00298  | 0.01446  | 0.04979  |
| s | 0.00002  | 0.00013  | 0.00011  | 0.00046  | 0.00214  |
| 5、江西铜业股份有限公司（一验单位） | 1 | 0.00019  | 0.0017  | 0.0031  | 0.0155  | 0.0539  |
| 2 | 0.00018  | 0.0017  | 0.0031  | 0.0154  | 0.0555  |
| 3 | 0.00018  | 0.0017  | 0.0031  | 0.0153  | 0.0546  |
| 4 | 0.00019  | 0.0018  | 0.0030  | 0.0154  | 0.0541  |
| 5 | 0.00020  | 0.0017  | 0.0030  | 0.0155  | 0.0534  |
| 6 | 0.00020  | 0.0016  | 0.0028  | 0.0151  | 0.0540  |
| 7 | 0.00020  | 0.0017  | 0.0030  | 0.0152  | 0.0534  |
| 均值 | 0.00019  | 0.0017  | 0.0030  | 0.0153  | 0.0541  |
| s | 0.00001  | 0.00006  | 0.00011  | 0.00015  | 0.00073  |
| 6、紫金矿业集团股份有限公司测试中心 （二验单位） | 1 | 0.00017 | 0.00169 | 0.00303 | 0.016 | 0.0552 |
| 2 | 0.00017 | 0.00168 | 0.00295 | 0.0154 | 0.0541 |
| 3 | 0.00016 | 0.00161 | 0.00291 | 0.0154 | 0.0541 |
| 4 | 0.00017 | 0.00163 | 0.00295 | 0.0153 | 0.0537 |
| 5 | 0.00017 | 0.0016 | 0.00301 | 0.0151 | 0.0535 |
| 6 | 0.00018 | 0.00155 | 0.00281 | 0.0151 | 0.0527 |
| 7 | 0.00018 | 0.00157 | 0.00286 | 0.0151 | 0.0523 |
| 均值 | 0.00017  | 0.0016  | 0.0029  | 0.0153  | 0.0537  |
| s | 0.00001  | 0.00005  | 0.00008  | 0.00032  | 0.00096  |
| 7、金川集团股份有限公司检测中心 （二验单位） | 1 | 0.00022 | 0.0016 | 0.0031 | 0.015 | 0.05 |
| 2 | 0.00023 | 0.0017 | 0.003 | 0.014 | 0.052 |
| 3 | 0.00023 | 0.0017 | 0.003 | 0.015 | 0.052 |
| 4 | 0.00021 | 0.0017 | 0.003 | 0.015 | 0.051 |
| 5 | 0.00023 | 0.0016 | 0.003 | 0.016 | 0.051 |
| 6 | 0.00023 | 0.0016 | 0.0031 | 0.014 | 0.052 |
| 7 | 0.00024 | 0.0017 | 0.0029 | 0.016 | 0.053 |
| 均值 | 0.00023  | 0.0017  | 0.0030  | 0.015  | 0.052  |
| s | 0.00001  | 0.00005  | 0.00007  | 0.00082  | 0.00098  |
| 8、山东招金金银精炼有限公司 （二验单位） | 1 | 0.000193  | 0.001463  | 0.00294  | 0.0136  | 0.0491  |
| 2 | 0.000201  | 0.001492  | 0.00294  | 0.0140  | 0.0488  |
| 3 | 0.000203  | 0.001444  | 0.00303  | 0.0140  | 0.0485  |
| 4 | 0.000196  | 0.001467  | 0.00309  | 0.0138  | 0.0490  |
| 5 | 0.000189  | 0.001483  | 0.00302  | 0.0132  | 0.0502  |
| 6 | 0.000194  | 0.001443  | 0.00307  | 0.0144  | 0.0488  |
| 7 | 0.000197  | 0.001437  | 0.00294  | 0.0141  | 0.0484  |
| 均值 | 0.00020  | 0.00146  | 0.00300  | 0.0139  | 0.0490  |
| s | 0.00000  | 0.00002  | 0.00006  | 0.00038  | 0.00058  |
| 9、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司（二验单位） | 1 | 0.00018 | 0.0016 | 0.0028 | 0.0148 | 0.0516 |
| 2 | 0.00017 | 0.0016 | 0.0029 | 0.0147 | 0.052 |
| 3 | 0.00018 | 0.0015 | 0.0029 | 0.0146 | 0.0519 |
| 4 | 0.00018 | 0.0016 | 0.0028 | 0.0146 | 0.0508 |
| 5 | 0.00018 | 0.0016 | 0.0028 | 0.0148 | 0.0506 |
| 6 | 0.00018 | 0.0016 | 0.0029 | 0.0146 | 0.051 |
| 7 | 0.00019 | 0.0016 | 0.0028 | 0.0145 | 0.0507 |
| 均值 | 0.00018  | 0.0016  | 0.0028  | 0.0147  | 0.0512  |
| s | 0.00001  | 0.00004  | 0.00005  | 0.00011  | 0.00059  |
| 10、国标（北京）检验认证有限公司 （二验单位） | 1 | 0.0002 | 0.0016 | 0.0029 | 0.013 | 0.045 |
| 2 | 0.00021 | 0.0016 | 0.0029 | 0.013 | 0.045 |
| 3 | 0.0002 | 0.0015 | 0.003 | 0.013 | 0.045 |
| 4 | 0.00019 | 0.0016 | 0.0031 | 0.013 | 0.045 |
| 5 | 0.0002 | 0.0016 | 0.0031 | 0.014 | 0.046 |
| 6 | 0.0002 | 0.0017 | 0.0031 | 0.014 | 0.046 |
| 7 | 0.0002 | 0.0016 | 0.0030  | 0.014 | 0.046 |
| 均值 | 0.00020  | 0.0016  | 0.0030  | 0.0134  | 0.0454  |
| s | 0.00001  | 0.00006  | 0.00009  | 0.00053  | 0.00053  |
| 11、北京有色金属与稀土应用研究所有限公司理化中心 （二验单位） | 1 | 0.00022 | 0.0016 | 0.0032 | 0.0131 | 0.0506 |
| 2 | 0.00017 | 0.0014 | 0.0032 | 0.0148 | 0.0504 |
| 3 | 0.00018 | 0.0014 | 0.0033 | 0.015 | 0.0506 |
| 4 | 0.00019 | 0.0015 | 0.0033 | 0.015 | 0.0504 |
| 5 | 0.00016 | 0.0014 | 0.0034 | 0.0148 | 0.0491 |
| 6 | 0.0002 | 0.0015 | 0.0031 | 0.0142 | 0.051 |
| 7 | 0.0002 | 0.0014 | 0.0031 | 0.0147 | 0.049 |
| 均值 | 0.00019  | 0.0015  | 0.0032  | 0.0145  | 0.0502  |
| s | 0.00002  | 0.00008  | 0.00011  | 0.00068  | 0.00078  |
| 12、 云南黄金矿业集团贵金属检测有限公司 （二验单位）  | 1 | 0.00021 | 0.0017 | 0.0031 | 0.0146 | 0.0541 |
| 2 | 0.00019 | 0.0016 | 0.0030 | 0.0149 | 0.0545 |
| 3 | 0.00021 | 0.0016 | 0.0031 | 0.0151 | 0.0522 |
| 4 | 0.00021 | 0.0017 | 0.0031 | 0.0153 | 0.0530 |
| 5 | 0.00021 | 0.0017 | 0.0031 | 0.0151 | 0.0528 |
| 6 | 0.00021 | 0.0017 | 0.0032 | 0.0152 | 0.0535 |
| 7 | 0.00021 | 0.0018 | 0.0032 | 0.0151 | 0.0526 |
| 均值 | 0.00021  | 0.0017  | 0.0031  | 0.0150  | 0.0532  |
| s | 0.00001  | 0.00007  | 0.00007  | 0.00023  | 0.00083  |
| 13、贵研检测科技云南有限公司（二验单位） | 1 | 0.00017  | 0.0016 | 0.0030  | 0.0151  | 0.0513  |
| 2 | 0.00019  | 0.0016 | 0.0030  | 0.0149  | 0.0506  |
| 3 | 0.00019  | 0.0016 | 0.0028  | 0.0148  | 0.0507  |
| 4 | 0.00020  | 0.0016 | 0.0028  | 0.0150  | 0.0512  |
| 5 | 0.00018  | 0.0016 | 0.0028  | 0.0154  | 0.0514  |
| 6 | 0.00017  | 0.0015 | 0.0029  | 0.0147  | 0.0511  |
| 7 | 0.00017  | 0.0016 | 0.0030  | 0.0147  | 0.0522  |
| 均值 | 0.00018  | 0.0016  | 0.0029  | 0.0149  | 0.0512  |
| s | 0.00001  | 0.00004  | 0.00010  | 0.00025  | 0.00053  |
| 14、中金岭南有色金属股份有限公司 （二验单位） | 1 | 0.00017 | 0.00159 | 0.00294 | 0.0144 | 0.0496 |
| 2 | 0.00014 | 0.00163 | 0.003 | 0.0143 | 0.049 |
| 3 | 0.00016 | 0.00162 | 0.00298 | 0.0145 | 0.0496 |
| 4 | 0.00017 | 0.00156 | 0.0029 | 0.0143 | 0.0495 |
| 5 | 0.00018 | 0.00143 | 0.00292 | 0.0142 | 0.05 |
| 6 | 0.00016 | 0.00152 | 0.00294 | 0.0142 | 0.0498 |
| 7 | 0.00015 | 0.00155 | 0.00292 | 0.0144 | 0.0495 |
| 均值 | 0.00016  | 0.00156  | 0.00294  | 0.0143  | 0.0496  |
| s | 0.00001  | 0.00007  | 0.00004  | 0.00011  | 0.00031  |
| 15、铜陵有色金属集团控股有限公司（二验单位） | 1 | 0.00017 | 0.0016 | 0.0028 | 0.015 | 0.048 |
| 2 | 0.00016 | 0.0015 | 0.0028 | 0.014 | 0.046 |
| 3 | 0.00017 | 0.0016 | 0.0029 | 0.014 | 0.048 |
| 4 | 0.00017 | 0.0015 | 0.0029 | 0.014 | 0.047 |
| 5 | 0.00017 | 0.0016 | 0.0028 | 0.014 | 0.047 |
| 6 | 0.00018 | 0.0016 | 0.003 | 0.014 | 0.047 |
| 7 | 0.00017 | 0.0017 | 0.003 | 0.015 | 0.046 |
| 均值 | 0.00017  | 0.0016  | 0.0029  | 0.014  | 0.047  |
| s | 0.00001  | 0.00007  | 0.00009  | 0.00049  | 0.00082  |
| 16、江苏北矿金属循环利用科技有限公司（二验单位） | 1 | 0.00017  | 0.00133  | 0.00270  | 0.01391  | 0.04771  |
| 2 | 0.00016  | 0.00140  | 0.00289  | 0.01365  | 0.04838  |
| 3 | 0.00014  | 0.00162  | 0.00265  | 0.01363  | 0.04748  |
| 4 | 0.00016  | 0.00155  | 0.00274  | 0.01359  | 0.04829  |
| 5 | 0.00014  | 0.00157  | 0.00277  | 0.01399  | 0.04753  |
| 6 | 0.00015  | 0.00147  | 0.00265  | 0.01356  | 0.04865  |
| 7 | 0.00015  | 0.00153  | 0.00263  | 0.01377  | 0.04721  |
| 均值 | 0.00015  | 0.0015  | 0.0027  | 0.0137  | 0.0479  |
| s | 0.00001  | 0.00010  | 0.00009  | 0.00017  | 0.00054  |
| 17、山东恒邦冶炼股份有限公司（二验单位） | 1 | 0.00021 | 0.0017 | 0.0032 | 0.016 | 0.056 |
| 2 | 0.0002 | 0.0016 | 0.0031 | 0.016 | 0.055 |
| 3 | 0.0002 | 0.0015 | 0.003 | 0.016 | 0.055 |
| 4 | 0.00021 | 0.0016 | 0.0031 | 0.015 | 0.054 |
| 5 | 0.00019 | 0.0017 | 0.0031 | 0.015 | 0.051 |
| 6 | 0.00019 | 0.0017 | 0.0031 | 0.014 | 0.051 |
| 7 | 0.00019 | 0.0017 | 0.0031 | 0.015 | 0.052 |
| 均值 | 0.00020  | 0.0016  | 0.0031  | 0.0153  | 0.0534  |
| s | 0.00001  | 0.00008  | 0.00006  | 0.00076  | 0.00207  |
| 18、云南铜业股份有限公司 （二验单位） | 1 | 0.00018 | 0.00156 | 0.00293 | 0.0128 | 0.0497  |
| 2 | 0.00019 | 0.00163 | 0.00285 | 0.0146 | 0.0520  |
| 3 | 0.00021 | 0.00158 | 0.00296 | 0.0138 | 0.0533  |
| 4 | 0.00020  | 0.00161 | 0.00311 | 0.0138 | 0.0517 |
| 5 | 0.00019 | 0.00165 | 0.00308 | 0.0133 | 0.0490  |
| 6 | 0.00017 | 0.00157 | 0.00283 | 0.0141 | 0.0512 |
| 7 | 0.00020  | 0.00157 | 0.00285 | 0.0137 | 0.0505 |
| 均值 | 0.00019  | 0.00160  | 0.00294  | 0.01373  | 0.05106  |
| s | 0.00001  | 0.00003  | 0.00011  | 0.00057  | 0.00146  |

表15 钯精密度试验

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 实验室 | 次数 | Pd-水平 j |
| 1  | 2 | 3 | 4 | 5 |
| 1、大冶有色设计研究院有限公司 （起草单位） | 1 | 0.000156 | 0.00148 | 0.0028  | 0.0136  | 0.0480  |
| 2 | 0.000149 | 0.00153 | 0.0029  | 0.0138  | 0.0485  |
| 3 | 0.000153 | 0.00148 | 0.0028  | 0.0136  | 0.0486  |
| 4 | 0.000139 | 0.00145 | 0.0028  | 0.0140  | 0.0483  |
| 5 | 0.000138 | 0.00150  | 0.0028  | 0.0144  | 0.0499  |
| 6 | 0.000131 | 0.00146 | 0.0027  | 0.0134  | 0.0507  |
| 7 | 0.000152 | 0.00149 | 0.0028  | 0.0133  | 0.0466  |
| 均值 | 0.00015  | 0.00148  | 0.00281  | 0.01373  | 0.04866  |
| s | 0.00001  | 0.00003  | 0.00007  | 0.00038  | 0.00133  |
| 2、南京市产品质量监督检查院 （联合起草） | 1 | 0.000137  | 0.00140  | 0.00330  | 0.01300  | 0.04984  |
| 2 | 0.000134  | 0.00150  | 0.00370  | 0.01270  | 0.04762  |
| 3 | 0.000120  | 0.00150  | 0.00360  | 0.01290  | 0.05340  |
| 4 | 0.000139  | 0.00150  | 0.00350  | 0.01290  | 0.05220  |
| 5 | 0.000155  | 0.00160  | 0.00330  | 0.01260  | 0.05410  |
| 6 | 0.000133  | 0.00150  | 0.00320  | 0.01210  | 0.05350  |
| 7 | 0.000127  | 0.00140  | 0.00330  | 0.01230  | 0.05290  |
| 均值 | 0.00014  | 0.00149  | 0.00341  | 0.01264  | 0.05194  |
| s | 0.00001  | 0.00007  | 0.00019  | 0.00034  | 0.00235  |
| 3、北京达博有色金属焊料有限责任公司 （一验单位） | 1 | 0.00011  | 0.0014  | 0.0026 | 0.0136 | 0.0476 |
| 2 | 0.00012  | 0.0015  | 0.0027 | 0.0135 | 0.0479 |
| 3 | 0.00010  | 0.0015  | 0.0026 | 0.0136 | 0.0474 |
| 4 | 0.00012  | 0.0016  | 0.0027 | 0.0135 | 0.0468 |
| 5 | 0.00010  | 0.0014  | 0.0027 | 0.0136 | 0.0473 |
| 6 | 0.00009  | 0.0015  | 0.0026 | 0.0135 | 0.048 |
| 7 | 0.00010  | 0.0014  | 0.0027 | 0.0137 | 0.0488 |
| 均值 | 0.00011  | 0.0015  | 0.0027  | 0.0136  | 0.0477  |
| s | 0.00001  | 0.00008  | 0.00005  | 0.00008  | 0.00063  |
| 4、中船黄冈贵金属有限公司（一验单位） | 1 | 0.00016 | 0.0017 | 0.0028 | 0.0137 | 0.0501 |
| 2 | 0.00015 | 0.0016 | 0.0028 | 0.0132 | 0.0491 |
| 3 | 0.00016 | 0.00172 | 0.00287 | 0.0145 | 0.0496 |
| 4 | 0.00015 | 0.00177 | 0.00264 | 0.0135 | 0.0489 |
| 5 | 0.00018 | 0.00169 | 0.0027 | 0.0145 | 0.0502 |
| 6 | 0.00014 | 0.00176 | 0.00278 | 0.01372 | 0.0485 |
| 7 | 0.00017 | 0.00177 | 0.00285 | 0.01415 | 0.0469 |
| 均值 | 0.00016  | 0.00172  | 0.00278  | 0.01390  | 0.04904  |
| s | 0.00001  | 0.00006  | 0.00008  | 0.00050  | 0.00113  |
| 5、江西铜业股份有限公司（一验单位） | 1 | 0.00016 | 0.0017 | 0.003 | 0.0147 | 0.0514 |
| 2 | 0.00017 | 0.0016 | 0.0031 | 0.0145 | 0.0531 |
| 3 | 0.00017 | 0.0017 | 0.003 | 0.0146 | 0.0521 |
| 4 | 0.00018 | 0.0017 | 0.0031 | 0.0146 | 0.0515 |
| 5 | 0.00017 | 0.0017 | 0.003 | 0.0147 | 0.0526 |
| 6 | 0.00015 | 0.0017 | 0.003 | 0.0146 | 0.0515 |
| 7 | 0.00017 | 0.0017 | 0.003 | 0.0145 | 0.0518 |
| 均值 | 0.00017  | 0.0017  | 0.0030  | 0.0146  | 0.0520  |
| s | 0.00001  | 0.00004  | 0.00005  | 0.00008  | 0.00064  |
| 6、紫金矿业集团股份有限公司测试中心 （二验单位） | 1 | 0.00018 | 0.00171 | 0.00302 | 0.0148 | 0.0517 |
| 2 | 0.00017 | 0.00167 | 0.00295 | 0.0144 | 0.051 |
| 3 | 0.00016 | 0.00164 | 0.00287 | 0.0145 | 0.0508 |
| 4 | 0.00016 | 0.00168 | 0.00306 | 0.0146 | 0.0512 |
| 5 | 0.00017 | 0.00169 | 0.00303 | 0.0145 | 0.0499 |
| 6 | 0.00016 | 0.00164 | 0.00289 | 0.0147 | 0.0515 |
| 7 | 0.00017 | 0.00165 | 0.00293 | 0.0146 | 0.0503 |
| 均值 | 0.00017  | 0.00167  | 0.00296  | 0.0146  | 0.0509  |
| s | 0.00001  | 0.00003  | 0.00007  | 0.00013  | 0.00064  |
| 7、金川集团股份有限公司检测中心 （二验单位） | 1 | 0.00024 | 0.0016 | 0.0028 | 0.014 | 0.05 |
| 2 | 0.00027 | 0.0016 | 0.0028 | 0.014 | 0.049 |
| 3 | 0.00026 | 0.0017 | 0.0028 | 0.014 | 0.049 |
| 4 | 0.00026 | 0.0016 | 0.0028 | 0.015 | 0.048 |
| 5 | 0.00024 | 0.0017 | 0.0027 | 0.014 | 0.049 |
| 6 | 0.00025 | 0.0018 | 0.0028 | 0.014 | 0.049 |
| 7 | 0.00027 | 0.0018 | 0.0029 | 0.016  | 0.050  |
| 均值 | 0.00026  | 0.0017  | 0.0028  | 0.014  | 0.049  |
| s | 0.00001  | 0.00009  | 0.00006  | 0.00079  | 0.00069  |
| 8、山东招金金银精炼有限公司 （二验单位） | 1 | 0.00021  | 0.00147  | 0.00307  | 0.0129  | 0.0462  |
| 2 | 0.00021  | 0.00147  | 0.00293  | 0.0134  | 0.0473  |
| 3 | 0.00021  | 0.00146  | 0.00303  | 0.0134  | 0.0468  |
| 4 | 0.00020  | 0.00144  | 0.00308  | 0.0132  | 0.0480  |
| 5 | 0.00019  | 0.00147  | 0.00302  | 0.0125  | 0.0493  |
| 6 | 0.00021  | 0.00147  | 0.00293  | 0.0137  | 0.0479  |
| 7 | 0.00021  | 0.00150  | 0.00294  | 0.0135  | 0.0477  |
| 均值 | 0.00020  | 0.00147  | 0.00300  | 0.0133  | 0.0476  |
| s | 0.00001  | 0.00002  | 0.00006  | 0.00040  | 0.00097  |
| 9、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司（二验单位） | 1 | 0.00016 | 0.0015 | 0.0028 | 0.0137 | 0.0486 |
| 2 | 0.00017 | 0.0015 | 0.0029 | 0.0139 | 0.0488 |
| 3 | 0.00016 | 0.0016 | 0.0028 | 0.0136 | 0.0489 |
| 4 | 0.00016 | 0.0017 | 0.0028 | 0.014 | 0.0497 |
| 5 | 0.00015 | 0.0017 | 0.0029 | 0.0141 | 0.0495 |
| 6 | 0.00017 | 0.0017 | 0.0028 | 0.0136 | 0.0496 |
| 7 | 0.00016 | 0.0016 | 0.0028 | 0.0138 | 0.0488 |
| 均值 | 0.00016  | 0.0016  | 0.0028  | 0.0138  | 0.0491  |
| s | 0.00001  | 0.00009  | 0.00005  | 0.00020  | 0.00045  |
| 10、国标（北京）检验认证有限公司 （二验单位） | 1 | 0.00021 | 0.0017 | 0.003 | 0.014 | 0.048 |
| 2 | 0.00021 | 0.0017 | 0.0031 | 0.014 | 0.048 |
| 3 | 0.00022 | 0.0017 | 0.003 | 0.014 | 0.048 |
| 4 | 0.00021 | 0.0016 | 0.0031 | 0.015 | 0.049 |
| 5 | 0.00021 | 0.0017 | 0.0031 | 0.014 | 0.049 |
| 6 | 0.00021 | 0.0018 | 0.0032 | 0.014 | 0.049 |
| 7 | 0.00021 | 0.0018 | 0.003 | 0.014 | 0.049 |
| 均值 | 0.00021  | 0.0017  | 0.0031  | 0.0141  | 0.0486  |
| s | 0.00000  | 0.00007  | 0.00008  | 0.00038  | 0.00053  |
| 11、北京有色金属与稀土应用研究所有限公司 （二验单位） | 1 | 0.00015 | 0.0014 | 0.0024 | 0.0136 | 0.0506 |
| 2 | 0.00014 | 0.0015 | 0.0026 | 0.0134 | 0.0503 |
| 3 | 0.00013 | 0.0015 | 0.0027 | 0.0135 | 0.0502 |
| 4 | 0.00016 | 0.0014 | 0.0026 | 0.0138 | 0.0508 |
| 5 | 0.00014 | 0.0015 | 0.0028 | 0.0141 | 0.0502 |
| 6 | 0.00013 | 0.0014 | 0.0026 | 0.0136 | 0.0502 |
| 7 | 0.00014 | 0.0015 | 0.0027 | 0.0136 | 0.0513 |
| 均值 | 0.00014  | 0.0015  | 0.0026  | 0.0137  | 0.0505  |
| s | 0.00001  | 0.00005  | 0.00013  | 0.00023  | 0.00042  |
| 12、 云南黄金矿业集团贵金属检测有限公司 （二验单位）  | 1 | 0.00016 | 0.0014 | 0.0024 | 0.0131 | 0.0458 |
| 2 | 0.00015 | 0.0012 | 0.0024 | 0.0133 | 0.0463 |
| 3 | 0.00017 | 0.0013 | 0.0027 | 0.0132 | 0.0460 |
| 4 | 0.00014 | 0.0016 | 0.0030 | 0.0146 | 0.0492 |
| 5 | 0.00017 | 0.0016 | 0.0030 | 0.0148 | 0.0498 |
| 6 | 0.00015 | 0.0015 | 0.0027 | 0.0143 | 0.0495 |
| 7 | 0.00015 | 0.0015 | 0.0027 | 0.0140 | 0.0500 |
| 均值 | 0.00016  | 0.0014  | 0.0027  | 0.0139  | 0.0481  |
| s | 0.00001  | 0.00015  | 0.00024  | 0.00070  | 0.00194  |
| 13、贵研检测科技云南有限公司（二验单位） | 1 | 0.00020  | 0.0017 | 0.0030  | 0.0146  | 0.0500  |
| 2 | 0.00021  | 0.0017 | 0.0028  | 0.0145  | 0.0500  |
| 3 | 0.00018  | 0.0016 | 0.0028  | 0.0146  | 0.0498  |
| 4 | 0.00017  | 0.0016 | 0.0028  | 0.0145  | 0.0473  |
| 5 | 0.00018  | 0.0016 | 0.0028  | 0.0144  | 0.0502  |
| 6 | 0.00019  | 0.0016 | 0.0029  | 0.0141  | 0.0498  |
| 7 | 0.00020  | 0.0016 | 0.0028  | 0.0140  | 0.0509  |
| 均值 | 0.00019  | 0.0016  | 0.0028  | 0.0144  | 0.0497  |
| s | 0.00001  | 0.00005  | 0.00008  | 0.00024  | 0.00113  |
| 14、中金岭南有色金属股份有限公司 （二验单位） | 1 | 0.00011 | 0.00155 | 0.00285 | 0.0135 | 0.0476 |
| 2 | 0.00014 | 0.00154 | 0.00284 | 0.0133 | 0.0477 |
| 3 | 0.00011 | 0.00153 | 0.00291 | 0.0136 | 0.0474 |
| 4 | 0.0001 | 0.0016 | 0.00282 | 0.0132 | 0.0478 |
| 5 | 0.00015 | 0.00162 | 0.00286 | 0.0133 | 0.0465 |
| 6 | 0.00012 | 0.0016 | 0.00277 | 0.0133 | 0.047 |
| 7 | 0.00011 | 0.00159 | 0.00275 | 0.0135 | 0.0475 |
| 均值 | 0.00012  | 0.00158  | 0.00283  | 0.0134  | 0.0474  |
| s | 0.00002  | 0.00004  | 0.00005  | 0.00015  | 0.00046  |
| 15、铜陵有色金属集团控股有限公司（二验单位） | 1 | 0.00017  | 0.0017  | 0.0028  | 0.0140  | 0.0480  |
| 2 | 0.00016  | 0.0016  | 0.0027  | 0.0130  | 0.0460  |
| 3 | 0.00016  | 0.0016  | 0.0028  | 0.0130  | 0.0460  |
| 4 | 0.00017  | 0.0015  | 0.0028  | 0.0130  | 0.0470  |
| 5 | 0.00018  | 0.0017  | 0.0030  | 0.0140  | 0.0500  |
| 6 | 0.00017  | 0.0017  | 0.0030  | 0.0140  | 0.0500  |
| 7 | 0.00016  | 0.0016  | 0.0030  | 0.0130  | 0.0500  |
| 均值 | 0.00017  | 0.0016  | 0.0029  | 0.0134  | 0.0481  |
| s | 0.00001  | 0.00008  | 0.00013  | 0.00053  | 0.00186  |
| 16、江苏北矿金属循环利用科技有限公司（二验单位） | 1 | 0.00015  | 0.00140  | 0.00285  | 0.01336  | 0.04814  |
| 2 | 0.00017  | 0.00142  | 0.00294  | 0.01314  | 0.04989  |
| 3 | 0.00016  | 0.00149  | 0.00283  | 0.01433  | 0.04756  |
| 4 | 0.00018  | 0.00155  | 0.00275 | 0.01299 | 0.04801 |
| 5 | 0.00017  | 0.00149 | 0.00279 | 0.01300  | 0.04819 |
| 6 | 0.00016  | 0.00147 | 0.00284 | 0.01286 | 0.04829 |
| 7 | 0.00014  | 0.00150  | 0.00291 | 0.01354 | 0.04947 |
| 均值 | 0.00016  | 0.0015  | 0.0028  | 0.0133  | 0.0485  |
| s | 0.00001  | 0.00005  | 0.00006  | 0.00050  | 0.00084  |
| 17、山东恒邦冶炼股份有限公司（二验单位） | 1 | 0.00018 | 0.0017 | 0.0031  | 0.015 | 0.051  |
| 2 | 0.00018 | 0.0017 | 0.0031  | 0.015 | 0.052  |
| 3 | 0.00018 | 0.0017 | 0.0031  | 0.014 | 0.050  |
| 4 | 0.00017 | 0.0017 | 0.0030  | 0.015 | 0.050  |
| 5 | 0.00018 | 0.0017 | 0.0031  | 0.014 | 0.050  |
| 6 | 0.00018 | 0.0017 | 0.0030  | 0.014 | 0.050  |
| 7 | 0.00018 | 0.0017 | 0.0030  | 0.015 | 0.051  |
| 均值 | 0.00018  | 0.0017  | 0.0031  | 0.0146  | 0.0506  |
| s | 0.00000  | 0.00000  | 0.00005  | 0.00053  | 0.00079  |
| 18、云南铜业股份有限公司 （二验单位） | 1 | 0.00016 | 0.00129 | 0.00284 | 0.0143 | 0.0495 |
| 2 | 0.00017 | 0.00137 | 0.00296  | 0.0139 | 0.0498 |
| 3 | 0.00016 | 0.00164 | 0.00304  | 0.0138 | 0.0500  |
| 4 | 0.00015 | 0.00168 | 0.00292  | 0.0135 | 0.0483 |
| 5 | 0.00015 | 0.00168 | 0.00310  | 0.0137 | 0.0487 |
| 6 | 0.00017 | 0.00162 | 0.00287 | 0.0134 | 0.0486 |
| 7 | 0.00017 | 0.00162 | 0.00275 | 0.0136 | 0.0496 |
| 均值 | 0.00016  | 0.00156  | 0.00293  | 0.01374  | 0.04921  |
| s | 0.00001  | 0.00016  | 0.00012  | 0.00030  | 0.00067  |

按照GB/T6379.2测量方法与结果的准确度（正确度和精密度）第2部分确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法，剔除离群值后，重复性、再现性计算结果见表15、16。

金的数据处理表如下：

表16 金数据处理

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 单元平均乘以次数 | 0.0181726 | 0.187757533 | 0.352539 | 1.60883161 | 5.639319 |
| 平均的平方乘以次数 | 3.39388E-06 | 0.000296839 | 0.001046368 | 0.023148288 | 0.284592361 |
| 平均值的平方和 | 686.00  | 833.00  | 833.00  | 784.00  | 784.00  |
| s平方\*（n-1） | 1.65277E-08 | 5.51584E-07 | 5.9716E-06 | 2.18522E-05 | 0.000115531 |
| T2T3-T1\*T1 | 2.35647E-06 | 7.10088E-05 | 0.00023401 | 0.004269074 | 0.07242563 |
| T3\*n | 1470 | 1904 | 1904 | 1680 | 1568 |
|  | 1.60304E-09 | 3.72945E-08 | 1.22905E-07 | 2.54112E-06 | 4.61898E-05 |
| 1 | 1.39644E-09 | 3.18333E-08 | 6.37799E-08 | 2.30865E-06 | 4.49608E-05 |
|  | 8918 | 13328 | 13328 | 11760 | 11760 |
| 2 | 0.164835165 | 0.142857143 | 0.142857143 | 0.142857143 | 0.133333333 |
| Sr2 | 2.06597E-10 | 5.46123E-09 | 5.91248E-08 | 2.32471E-07 | 1.22905E-06 |
| SL2 | 2.30183E-10 | 4.54761E-09 | 9.11141E-09 | 3.29806E-07 | 5.99477E-06 |
| SR2 | 4.3678E-10 | 1.00088E-08 | 6.82362E-08 | 5.62277E-07 | 7.22382E-06 |
| Sr | 1.43735E-05 | 7.39001E-05 | 0.000243156 | 0.000482152 | 0.001108627 |
| SR | 2.08993E-05 | 0.000100044 | 0.000261221 | 0.000749851 | 0.002687717 |
| m | 0.000185435 | 0.001577794 | 0.002962513 | 0.014364568 | 0.050351063 |
| r | 4.06769E-05 | 0.000209137 | 0.000688131 | 0.00136449 | 0.003137415 |
| m | 0.000185435 | 0.001577794 | 0.002962513 | 0.014364568 | 0.050351063 |
| R | 5.91449E-05 | 0.000283125 | 0.000739254 | 0.002122079 | 0.007606239 |

钯数据处理表如下:

表17 钯数据处理

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 单元平均乘以次数 | 0.018279 | 0.178209 | 0.321538 | 1.545056856 | 5.367308143 |
| 平均的平方乘以次数 | 3.05285E-06 | 0.000284632 | 0.000924881 | 0.021346388 | 0.264461781 |
| 平均值的平方和 | 784.00  | 784.00  | 784.00  | 784.00  | 807.00  |
| s平方\*（n-1） | 1.225E-08 | 6.06741E-07 | 1.16273E-06 | 1.82222E-05 | 0.000134329 |
| T2T3-T1\*T1 | 7.79696E-06 | 0.000120363 | 0.000199952 | 0.003594738 | 0.018337396 |
| T3\*n | 1680 | 1680 | 1680 | 1680 | 1635 |
|  | 4.64105E-09 | 7.16446E-08 | 1.19019E-07 | 2.13973E-06 | 1.12155E-05 |
| 1 | 4.51073E-09 | 6.51899E-08 | 1.06649E-07 | 1.94587E-06 | 9.73939E-06 |
|  | 11760 | 11760 | 11760 | 11760 | 11074 |
| 2 | 0.142857143 | 0.142857143 | 0.142857143 | 0.142857143 | 0.147643128 |
| Sr2 | 1.30319E-10 | 6.4547E-09 | 1.23695E-08 | 1.93853E-07 | 1.47614E-06 |
| SL2 | 6.4439E-10 | 9.31284E-09 | 1.52356E-08 | 2.77982E-07 | 1.43795E-06 |
| SR2 | 7.74709E-10 | 1.57675E-08 | 2.76052E-08 | 4.71835E-07 | 2.91409E-06 |
| Sr | 1.14157E-05 | 8.03411E-05 | 0.000111218 | 0.000440287 | 0.001214965 |
| SR | 2.78336E-05 | 0.000125569 | 0.000166148 | 0.000686902 | 0.001707072 |
| m | 0.000163205 | 0.001591152 | 0.002870875 | 0.01379515 | 0.049241359 |
| r | 3.23065E-05 | 0.000227365 | 0.000314748 | 0.001246013 | 0.003438351 |
| m | 0.000163205 | 0.001591152 | 0.002870875 | 0.01379515 | 0.049241359 |
| R | 7.87691E-05 | 0.00035536 | 0.000470199 | 0.001943934 | 0.004831014 |

表18 重复性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *wAu*/ % | 0.00019  | 0.0016  | 0.0030  | 0.014 | 0.050 |
| *r* / % | 0.00004  | 0.0002 | 0.0006 | 0.001 | 0.003 |
| *wPd*/ % | 0.00016  | 0.0016  | 0.0029  | 0.014  | 0.049  |
| *r* / % | 0.00003  | 0.0002 | 0.0003 | 0.001 | 0.003 |

表19 再现性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *wAu*/ % | 0.00019  | 0.0016  | 0.0030  | 0.014 | 0.050 |
| *R* / % | 0.00006  | 0.0003 | 0.0007 | 0.002 | 0.008 |
| *wPd*/ % | 0.00016  | 0.0016  | 0.0029  | 0.014  | 0.049  |
| *R* / % | 0.00008  | 0.0004 | 0.0005 | 0.002 | 0.005  |

3.11准确度

3.11.1加标回收

**大冶有色**：按照分析步骤分析3#样品，在2.3.3.1处瓷坩埚中加入不同含量的金，在2.3.3.2处滤液中加入不同量的钯（5%硝酸介质），进行加标回收试验，计算标准加入回收率。

表20金加标回收试验

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 样品编号 | 本底量/ug | 加入量/ug | 滤渣中金量/ ug | 滤液中金量/ ug | 金总量/ug | 回收率/% |
| Au | 3#　 | 90 | 50 | 0.51 | 140.25 | 140.76 | 100.5 |
| 92 | 100 | 0.42 | 193.40 | 193.82 | 101.4 |

表21 钯加标回收试验

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 样品编号 | 本底量/ug | 加入量/ug | 测得钯量/ug | 回收率/% |
| Pd | 3#　 | 84 | 50 | 136.6 | 105.2 |
| 85 | 100 | 190.5 | 105.5 |

试样加标回收率在100.5%～105.5%之间，本试验有较好的测定准确度。

**达博加标回收实验：表22金加标回收试验（已做验证，数据如表）**

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 样品编号 | 本底量/ug | 加入量/ug | 滤渣中金量/ ug | 滤液中金量/ ug | 金总量/ug | 回收率/% |
| Au | 3# | 79.4 | 50 | 99.38 | 25.90 | 125.28 | 96.82 |
| 3# | 79.4 | 100 | 147.38 | 26.12 | 173.05 | 96.46 |

**表23钯加标回收试验（已做验证，数据如表）**

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 样品编号 | 本底量/ug | 加入量/ug | 测得量/ug | 回收率/% |
| Pd | 3# | 79.1 | 50 | 123.37 | 95.56 |
| 3# | 79.1 | 100 | 174.40 | 97.38 |

试样加标回收率在95%～98%之间，本试验有较好的测定准确度。

**江铜加标回收实验：**

表24金加标回收试验

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 样品编号 | 本底量/ug | 加入量/ug | 滤渣中金量/ ug | 滤液中金量/ ug | 金总量/ug | 回收率/% |
| Au | 3# | 96.0 | 50 | 144.6 | 1.7 | 146.3 | 100.6 |
|  | 94.9 | 100 | 190.5 | 2.3 | 192.8 | 97.9 |

表25 钯加标回收试验

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 样品编号 | 本底量/ug | 加入量/ug | 测得量/ug | 回收率/% |
| Pd | 3# | 88.0 | 50 | 54.6 | 109.2 |
|  | 88.5 | 100 | 100.8 | 100.8 |

试样加标回收率在%～%之间，本试验有较好的测定准确度。

3.11.2 其他方法比对

钯采用银化学分析方法铜、铋、铁、铅、锑、钯、硒和碲量的测定电感耦合等离子体发射光谱法YS/T958-2014与本方法进行比对，结果见下表26，本试验方法的钯量与YS/T958-2014 ICP法的结果在允许误差范围内。

表26方法比对

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 编号 | 元素 | 本方法/% | YS/T958-2014 ICP法/% |
| 3# | Pd | 0.0027 | 0.0025 |

4. 结论

采用硝酸溶解样品，过滤分离金，滤液中的银用盐酸沉淀分离，能较好地分离出银中金和钯。本方法的精密度和准确度好，可作为国家标准方法推广。

1. 补充试验：

**大冶有色**：根据2023年9月25日讨论会议精神，补充样品溶解的试验，为了考察银溶解时需要用到的硝酸酸度，称取5g3#试样于一组250mL烧杯中，分别加入不同浓度的硝酸，记录完全溶解的时间，并观察现象，结果见下表27：

表27 样品溶解试验

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 1+1硝酸 | 1+3硝酸 | 1+5硝酸 | 1+7硝酸 |
| 完全溶解时间 | 10分钟 | 30分钟 | 40分钟 | 2个半小时 |
| 金不溶物的状态 | 不成形，小，散 | 成形，小颗粒 | 成形，小颗粒 | 成形，小颗粒 |

金不溶物颗粒太小，在与银分离时容易跑滤，综合考虑银完全溶解时间和金不溶物的状态，本试验选择硝酸1+5。

**中船补充试验**：



**达博补充试验**：

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 1+1硝酸 | 1+3硝酸 | 1+5硝酸 | 1+7硝酸 |
| 完全溶解时间 | 13min | 35min | 50min | 2.5h |
| 金不溶物的状态 | 细小，零散 | 细小，零散 | 稍大，零散 | 稍大，零散 |

四、预期的经济效益、社会效益和生态效益

随着银市场的开放，银锭交易中质量纠纷日益增多，金和钯的市场价格远高于银，因此，准确测定银中金、钯极为重要。银中杂质元素的含量是影响产品质量和冶炼价值的重要因素，其检测需求在生产和贸易中备受关注。但GB/T11067系列标准方法没有金和钯的测定方法，现需增加银中金和钯的分析方法，以满足各检测机构对统一的检测依据的需求，以满足国内国际交易的需求。

本标准充分考虑了目前国内银生产、研发、应用和检测的实际技术水平。本标准颁布执行后，将在国内形成对银中金钯化学成分的统一的分析测试标准，对于增加各机构检测数据之间的可靠性和可比性，助力我国银产业的发展发挥着十分重要的作用。

五、与国际、国外同类标准技术内容的对比情况

1）本方法金钯测定改变了传统方法即贵金属就用火试金富集的方法，采用加大称样量，分离银基体，达到富集金钯的效果，既简化了操作难度，缩短了分析流程，又避免使用氧化铅试剂及减少其他试剂用量，对环境友好，保护人体健康。

2）与时俱进，应用了灵敏度高，线性范围广的电感耦合等离子体原子发射光谱法。

六、以国际标准为基础的起草情况，以及是否合规引用或者采用国际国外标准，并说明未采用国际标准的原因

无。

七、与有关法律、行政法规及相关标准的关系

本标准与现行法律、法规和相关标准相协调、无冲突。

八、重大分歧意见的处理经过和依据

无重大分歧。

九、涉及专利的情况说明

本标准不涉及专利问题。（若标准中涉及专利，需要在附件中提供必要专利信息披露表、已披露的专利清单、必要专利实施许可声明表等材料。）

九、实施国家标准的要求，以及组织措施、技术措施、过渡期和实施日期的建议等措施建议；

本标准建议作为推荐性国家标准，供相关组织参考采用。

十、贯彻标准的要求和措施建议

建议向银研发、生产、销售、检测的相关企业和单位积极贯彻本标准的内容。

十一、废止现行有关标准的建议

无。

十二、其他应当说明的事项。

无。