

ICS 77.040.30

CH 15

中华人民共和国国家标准

GB/T 11067.7—202X

银化学分析方法

第7部分：金、钯含量的测定

电感耦合等离子体发射光谱法

Methods for chemical anlysis of silver

Part 7: Determination of gold palladium content

Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

(审定稿)

202×-××-××实施

202×-××-××发布

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前言

GB/T11067《银学分析方法》分为以下几个部分：

——第1部分：银量的测定 氯化银沉淀-火焰原子吸收光谱法；

——第2部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法;

——第3部分：硒和碲量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第4部分：锑量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;

——第5部分：铅和铋量的测定 火焰原子吸收光谱法;

——第6部分：铁量的测定 火焰原子吸收光谱法;

——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；

本部分为GB/T11067的第7部分。

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。

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。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件负责起草单位：大冶有色设计研究院有限公司、南京市产品质量监督检验院（南京市质量发展与先进技术应用研究院）、北京达博有色金属焊料有限责任公司、中船黄冈贵金属有限公司、江西铜业股份有限公司、福建紫金矿冶测试技术有限公司、金川集团股份有限公司、山东招金金银精炼有限公司、中金岭南有色金属股份有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、北京有色金属与稀土应用研究所有限公司、云南黄金矿业集团贵金属检测有限公司、贵研检测科技云南有限公司、、铜陵有色金属集团控股有限公司、江苏北矿金属循环利用科技有限公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、云南铜业股份有限公司。

本文件主要起草人：

本文件为首次发布。

引言

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。国内独立的银矿资源较少，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、钯元素也有测定的需要。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、钯含量极为重要。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。

GB/T 11067《银化学分析方法》由7个部分构成。

——第1部分：银量的测定 氯化银沉淀-火焰原子吸收光谱法；

——第2部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第3部分：硒和碲量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第4部分：锑量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第5部分：铅和铋量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第6部分：铁量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——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；

本文件的制定统一了银的化学分析方法，其制定是基于供需双方的需求，对于提高银产品质量和冶炼价值至关重要。

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

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了银中金和钯含量的测定方法。

本文件适用于银中金和钯含量的测定。测定范围：0.0002 %～0.050 %。

2 规范性引用文件

下列文件中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

GB/T8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法原理

试料用硝酸溶解，过滤分离金，将沉淀置于坩埚中，于马弗炉中灼烧，加入王水沸水浴中溶解。滤液加盐酸沉淀分离基体银，合并两种溶液，在盐酸介质中，用电感耦合等离子体原子发射光谱仪于金、钯各元素选定的波长处测定其发射强度，按标准工作曲线法计算金、钯的质量分数。

5 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。

5.1 水，符合GB/T6682，二级及以上纯度。

5.2 盐酸(*ρ*=1.19 g/mL)。

5.3 硝酸(*ρ*=1.42 g/mL)。

5.4 盐酸(1+1)。

5.5 盐酸(1+4)。

5.6 盐酸(5+95)。

5.7 硝酸(1+5)。

5.8 硝酸(2+98)。

5.9 混合酸（3体积盐酸和1体积硝酸，现配现用）。

5.10 混合酸（3体积盐酸、1体积硝酸和4体积水）。

5.11 金标准贮存溶液：称取0.1000 g金(*wAu*≥99.99%)，置于100 mL烧杯中，加入20 mL王水(5.9)，盖上表面皿，低温加热溶解，取下用水洗表皿及杯壁，冷却。移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度,混匀。此溶液1mL含1000 μg金。

5.12钯标准贮存溶液：称取0.1000 g金属钯( *wPd*≥99.99%)于100 mL烧杯中，加入20 mL混合酸(5.9)，低温加热溶解,驱赶氮的氧化物，冷却至室温，移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1000 μg钯。

5.13 金、钯混合标准溶液（50 μg/mL)：分别移取5.00 mL金标准贮存溶液(5.11)、钯标准贮存溶液(5.12)于100 mL容量瓶中，加入10 mL混合酸(5.10)，用水稀释至刻度,混匀,此溶液1 mL分别含50 μg金、50 μg钯。

6 仪器和设备

6.1 瓷坩埚：容积为50 mL。

6.2 电感耦合等离子体原子发射光谱仪，稳定性及各元素分析线如下：

——仪器的实际分辨率：200 nm处光谱分辨率应小于0.01 nm；

——在仪器的短期稳定性：测量10次最小浓度的标准溶液中各元素的发射强度，计算其标准偏差，其相对标准偏差应小于2.0%；

——各元素推荐的分析谱线Au242.795 nm、Pd340.458 nm。

7 样品

 试料用20 mL盐酸（5.5）微沸5分钟，用水清洗至无氯离子后，再用无水乙醇冲洗两次，自然晾干后备用。

8 分析步骤

8.1 试料

按表1称取试料，精确至0.0001 g。

表 1 称样量

|  |  |
| --- | --- |
| 质量分数/ %  | 称样量/ g |
| 0.0002%~0.0012% | 5.00 |
| >0.0012%~0.0050% | 3.00 |
| >0.0050%~0.050% | 1.00 |

8.2 空白试验

随同试料做空白试验。

8.3 测定

8.3.1 样品溶解及第一次过滤

按表1称取试料置于250 mL烧杯中，按表2加入硝酸(5.7)，盖上表面皿,低温加热溶解,取下,用水冲洗表面皿及杯壁加热煮沸。用定量慢速滤纸加少许滤纸浆过滤,用热硝酸(5.8)洗涤烧杯及沉淀共6-7次，滤液用250 mL烧杯承接。

8.3.2 第一次过滤沉淀的处理

将沉淀连同滤纸一起放入50 mL瓷坩埚中，在电炉上炭化，再置于马弗炉中从低温升至700 ℃，灼烧15 min灰化完全，取出，冷却。加入10 mL混合酸(5.9)，在沸水浴上加热溶解金，至体积约为5 mL。

8.3.3 第二次过滤

将8.3.1所得滤液置于电热板上加热煮沸，取下，按表2边搅拌边慢慢滴加盐酸(5.5）（每秒滴加2~3滴）。加热并不断搅拌至溶液清亮，于沸水浴保温30 min，保温过程中每隔10 min用玻璃棒搅拌沉淀。用慢速定量滤纸过滤,先将上清液倒入漏斗过滤完后，沉淀留于原杯中每次加入约10 mL热盐酸(5.6)于杯中，用玻璃棒搅拌后将洗液倒入漏斗中过滤，沉淀留于原杯中重复上述动作5~6次后，连同沉淀一起倒入漏斗中，热盐酸(5.6)洗涤杯壁及沉淀3~4次,滤液收集于400 mL烧杯中，微沸加热，至体积50 mL。

8.3.4 待测液的准备及测定

将8.3.2和8.3.3所得溶液合并，置于电热板上蒸至近干,取下冷却。用适量水吹洗杯壁及表面皿,按表2加入盐酸(5.4),加热溶解盐类，取下冷却。按表2移入相应体积容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

在电感耦合等离子体发射光谱仪上，于选定的分析谱线处，测量试液（8.3.4）及随同试料空白溶液的各待测元素的发射强度，仪器依据工作曲线（8.4）计算出各被测元素的的质量浓度。

表2 硝酸、盐酸用量及定容体积

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 称样量，g | 硝酸（5.7），mL | 盐酸（5.5）， mL | 盐酸（5.4）， mL | 定容体积，mL |
| 5 | 40 | 25 | 5 | 25 |
| 3 | 25 | 18 | 10 | 50 |
| 1 | 10 | 10 | 20 | 100 |

8.4 工作曲线的绘制

8.4.1 金、钯系列标准溶液的配制：移取0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、10.00 mL、20.00 mL金、钯混合标准溶液（5. 13），置于一组100 mL容量瓶中，加入10 mL盐酸（5.4），用水稀释至刻度，混匀。

注：工作曲线的绘制也可根据实际样品试液浓度选择其中5点绘制标准曲线。

8.4.2 在电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，于选定的分析谱线处，测定系列标准溶液中各待测元素的光谱强度。分别以被测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，各元素工作曲线的相关系数不小于0.999。

9 试验数据处理

被测元素以质量分数*wx*计，按公式（1）计算：

 ** …………………………（1）

式中：

*ρ0*——自工作曲线上查得空白溶液中金、钯的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

*ρ*——自工作曲线上查得试液中金、钯的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

*V*——测定试液的体积，单位为毫升（mL）;

*m*——试料的质量，单位为克（g）；

计算结果保留两位有效数字。

10 精密度

10.1 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

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *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 |

10.2 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4数据采用线性内插法或外延法求得。

表4 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  |

11. 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；

——使用的方法；

——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。