



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 113740324 A

(43) 申请公布日 2021.12.03

(21) 申请号 202111036212.1

(22) 申请日 2021.09.06

(71) 申请人 紫金铜业有限公司

地址 364204 福建省龙岩市上杭县蛟洋镇  
坪铺村

(72) 发明人 刘芳美 赖秋祥 林鸿汉 陈延进  
廖彬玲 吕火秀 黄春燕 巫贞祥  
罗小兵

(74) 专利代理机构 北京华仁联合知识产权代理  
有限公司 11588

代理人 陶长清

(51) Int. Cl.

G01N 21/73 (2006.01)

G01N 27/626 (2021.01)

G01N 1/40 (2006.01)

权利要求书2页 说明书6页

(54) 发明名称

一种测定分金渣中金、银、铂和钯的检测方法

(57) 摘要

本发明公开了一种测定分金渣中金、银、铂和钯的方法,采用火试金包铅灰吹处理样品,使金、银、铂和钯与其他杂质元素分离获得贵金属合粒A,对于银金质量比例过小的合粒通过分取一部分进行补银灰吹获得合粒B,采用灰吹系数法对银进行补正,最后使用电感耦合等离子发射光谱法分别测定金粒中的银、铂、钯和分金液中的金、铂、钯,实现金和银量的补正,提高准确度。本发明可以同时测定分金渣中金、银、铂和钯量,操作方便,可以实现样品的批量检测,提高了检测效率。

1. 一种测定分金渣中金、银、铂和钯的方法,其特征在于,包括以下步骤:

S1、火试金:

用铝箔将试样包裹,搓成铅扣,然后将铅扣放入已经在920℃的试金炉内预热的灰皿中;关闭试金炉的炉门2~3min,待铅液表面黑色膜脱去后,稍开炉门使炉温尽快降至880℃进行灰吹,当合粒出现闪光后,灰吹结束;将合粒A从灰皿中取出,刷去合粒A的粘附杂质,置于瓷坩埚中,加入(1+4)乙酸溶液,置于电炉上保持近沸,取下冷却,倾出液体,合粒A用热水洗涤三次,放在电炉上烤干,取下冷却,称重,即得合粒A的质量;

将合粒A碾成薄片后退火,然后任意分取一部分进行补银;补银的过程为:称取纯银粉,用铝箔将合粒A分取的部分和纯银粉包裹,然后进行灰吹得到合粒B,再将合粒B锤成薄片并退火,然后转入步骤S2中处理;

S2、分金:

将已退火的合粒B薄片置于瓷坩埚中进行分金,分金的过程为:加入(1+1)热硝酸,在水浴锅上保持近沸水浴,然后用倾泻法将所得分金液移入烧杯中,用热水洗涤瓷坩埚壁二次,洗涤液倒入盛有分金液的烧杯中,再在瓷坩埚中加入(1+1)热硝酸,保持沸水浴30min,取下用倾泻法将液体移入盛有分金液的烧杯中,再用热水洗涤瓷坩埚壁及得到的金粒三次以上,将金粒洗净、烘干,冷却至室温后称重;

S3、分金液和金粒的处理:

将盛有分金液的烧杯置于电热板上,90℃-150℃下低温加热,取下,稍冷,加入盐酸,盖上表面皿,加热微沸,取下冷却至室温后,将烧杯中的溶液与沉淀转移至容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀,静置,得到待测的分金溶液;

将金粒置于瓷坩埚中,加入王水,90℃-150℃下低温加热至金粒全部溶解,待氮氧化物赶尽后,取下,冷却,溶液转移至另一容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,静置,得到待测的金粒溶解液;

S4、ICP-AES测定:

以水调零,通过电感耦合等离子发射光谱仪测定分金溶液中残留的金、钯、铂各元素的发射强度以及金粒溶解液中铂、钯、银元素的发射强度;分别从工作曲线上查出各元素相应的质量浓度,分别按式(1)、式(2)、式(3)、式(4)计算出分金液中的铂钯质量、金质量和金粒中的铂钯质量、银质量;

$$m_4 = (\rho_1 + \rho_2) \times V_1 \times 10^{-3} \quad (1)$$

$$m_5 = \rho_3 \times V_1 \times 10^{-3} \quad (2)$$

$$m_6 = (\rho_4 + \rho_5) \times V_2 \times 10^{-3} \quad (3)$$

$$m_7 = \rho_6 \times V_2 \times 10^{-3} \quad (4)$$

其中, $m_4$ 为分金液中的铂钯质量,单位为mg; $m_5$ 为分金液中金质量,单位为mg; $m_6$ 为金粒中的铂钯质量,单位为mg; $m_7$ 为金粒中的银质量,单位为mg; $\rho_1$ 为分金溶液中铂的质量浓度,单位为 $\mu\text{g/mL}$ ; $\rho_2$ 为分金溶液中钯的质量浓度,单位为 $\mu\text{g/mL}$ ; $\rho_3$ 为分金溶液中金的质量浓度,单位为 $\mu\text{g/mL}$ ; $\rho_4$ 为金粒溶解液中铂的质量浓度,单位为 $\mu\text{g/mL}$ ; $\rho_5$ 为金粒溶解液中钯的质量浓度,单位为 $\mu\text{g/mL}$ ; $\rho_6$ 为金粒溶解液中银的质量浓度,单位为 $\mu\text{g/mL}$ ; $V_1$ 为分金溶液体积,单位为mL; $V_2$ 为金粒溶解液体积,单位为mL;

S5、分析结果的计算:

金、银、铂和钯含量分别按下式(5)、(6)、(7)、(8)计算:

$$Au(Kg/t) = \frac{m_3 + m_5 - m_6}{\frac{m_2}{m_1} \times m} \quad (5)$$

$$Ag(Kg/t) = \frac{m_2 + m_7 - m_3}{\frac{m_2}{m_1} \times m} \times k \quad (6)$$

$$Pt(g/t) = \frac{\rho_1 V_1 + \rho_4 V_2}{\frac{m_2}{m_1} \times m} \quad (7)$$

$$Pd(g/t) = \frac{\rho_2 V_1 + \rho_5 V_2}{\frac{m_2}{m_1} \times m} \quad (8)$$

其中,m为试样质量,单位为g; $m_1$ 为合粒A质量,单位为mg; $m_2$ 为合粒B重量,单位为mg; $m_3$ 为金粒质量,单位为mg;k为银的校正系数,数值为1.01。

2. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,步骤S1中,所述灰皿在920℃试金炉内预先预热30min。

3. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,步骤S1中,退火的条件为750℃退火5min。

## 一种测定分金渣中金、银、铂和钯的检测方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及化工生产检测技术领域,具体涉及一种测定分金渣中金、银、铂和钯的检测方法。

### 背景技术

[0002] 铜阳极泥依次经过压力酸浸氧化脱铜、卡尔多炉粗炼、银电解、预浸、王水分金等处理后可得分金渣。分金渣是铜阳极泥半湿法处理工艺提银的主要原料,主要含金、银、铂、钯等贵金属元素,因此,准确快速测定分金渣中金、银、铂、钯对于铜阳极泥半湿法处理工艺提银具有重要意义。目前,分金渣中金多采用《YS/T 3027.1-2017粗金化学分析方法第1部分:金量的测定》、《GB/T 15249.1-2009合质金化学分析方法第1部分:金量的测定火试金重量法》等方法检测,银多采用《YS/T 3027.2-2017粗金化学分析方法第2部分:银量的测定》、《GB/T 15249.2-2009合质金化学分析方法第2部分:银量的测定火试金重量法》、《YS/T 955.1-2014粗银化学分析方法第1部分:银量的测定火试金法》等方法检测,钯一般采用《YS/T955.2-2014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》方法检测,而铂缺乏相应的标准方法。这些方法虽然可以准确测定分金渣中各元素含量,但各元素需逐一测定,且当试样中含有铂、钯、铑、铈时会影响火试金重量法测量金和银的准确性。因此,亟需建立分金渣中金、银、铂和钯含量的快速准确测定方法,以满足满足行业的发展需求。

### 发明内容

[0003] 针对现有技术的不足,本发明旨在提供一种测定分金渣中金、银、铂和钯的检测方法。

[0004] 为了实现上述目的,本发明采用如下技术方案:

[0005] 一种测定分金渣中金、银、铂和钯的方法,包括以下步骤:

[0006] S1、火试金:

[0007] 用铝箔将试样包裹,搓成铅扣,然后将铅扣放入已经在920℃的试金炉内预热的灰皿中;关闭试金炉的炉门2~3min,待铅液表面黑色膜脱去后,稍开炉门使炉温尽快降至880℃进行灰吹,当合粒出现闪光后,灰吹结束;将合粒A从灰皿中取出,刷去合粒A的粘附杂质,置于瓷坩埚中,加入(1+4)乙酸溶液,置于电炉上保持近沸,取下冷却,倾出液体,合粒A用热水洗涤三次,放在电炉上烤干,取下冷却,称重,即得合粒A的质量;

[0008] 将合粒A碾成薄片后退火,然后任意分取一部分进行补银;补银的过程为:称取纯银粉,用铝箔将合粒A分取的部分和纯银粉包裹,然后进行灰吹得到合粒B,再将合粒B锤成薄片并退火,然后转入步骤S2中处理;

[0009] S2、分金:

[0010] 将已退火的合粒B薄片置于瓷坩埚中进行分金,分金的过程为:加入(1+1)热硝酸,在水浴锅上保持近沸水浴,然后用倾泻法将所得分金液移入烧杯中,用热水洗涤瓷坩埚壁

二次,洗涤液倒入盛有分金液的烧杯中,再在瓷坩埚中加入(1+1)热硝酸,保持沸水浴30min,取下用倾泻法将液体移入盛有分金液的烧杯中,再用热水洗涤瓷坩埚壁及得到的金粒三次以上,将金粒洗净、烘干,冷却至室温后称重;

[0011] S3、分金液和金粒的处理:

[0012] 将盛有分金液的烧杯置于电热板上,90℃-150℃下低温加热,取下,稍冷,加入盐酸,盖上表面皿,加热微沸,取下冷却至室温后,将烧杯中的溶液与沉淀转移至容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀,静置,得到待测的分金溶液;

[0013] 将金粒置于瓷坩埚中,加入王水,90℃-150℃下低温加热至金粒全部溶解,待氮氧化物赶尽后,取下,冷却,溶液转移至另一容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,静置,得到待测的金粒溶解液;

[0014] S4、ICP-AES测定:

[0015] 以水调零,通过电感耦合等离子发射光谱仪测定分金溶液中残留的金、钯、铂各元素的发射强度以及金粒溶解液中铂、钯、银元素的发射强度;分别从工作曲线上查出各元素相应的质量浓度,分别按式(1)、式(2)、式(3)、式(4)计算出分金液中的铂钯质量、金质量和金粒中的铂钯质量、银质量;

$$[0016] \quad m_4 = (\rho_1 + \rho_2) \times V_1 \times 10^{-3} \quad (1)$$

$$[0017] \quad m_5 = \rho_3 \times V_1 \times 10^{-3} \quad (2)$$

$$[0018] \quad m_6 = (\rho_4 + \rho_5) \times V_2 \times 10^{-3} \quad (3)$$

$$[0019] \quad m_7 = \rho_6 \times V_2 \times 10^{-3} \quad (4)$$

[0020] 其中, $m_4$ 为分金液中的铂钯质量,单位为mg; $m_5$ 为分金液中金质量,单位为mg; $m_6$ 为金粒中的铂钯质量,单位为mg; $m_7$ 为金粒中的银质量,单位为mg; $\rho_1$ 为分金溶液中铂的质量浓度,单位为 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ; $\rho_2$ 为分金溶液中钯的质量浓度,单位为 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ; $\rho_3$ 为分金溶液中金的质量浓度,单位为 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ; $\rho_4$ 为金粒溶解液中铂的质量浓度,单位为 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ; $\rho_5$ 为金粒溶解液中钯的质量浓度,单位为 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ; $\rho_6$ 为金粒溶解液中银的质量浓度,单位为 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ; $V_1$ 为分金溶液体积,单位为mL; $V_2$ 为金粒溶解液体积,单位为mL;

[0021] S5、分析结果的计算:

[0022] 金、银、铂和钯含量分别按下式(5)、(6)、(7)、(8)计算:

$$[0023] \quad Au(\text{Kg}/t) = \frac{m_3 + m_5 - m_6}{\frac{m_2}{m_1} \times m} \quad (5)$$

$$[0024] \quad Ag(\text{Kg}/t) = \frac{m_2 + m_7 - m_3}{\frac{m_2}{m_1} \times m} \times k \quad (6)$$

$$[0025] \quad Pt(\text{g}/t) = \frac{\rho_1 V_1 + \rho_4 V_2}{\frac{m_2}{m_1} \times m} \quad (7)$$

$$[0026] \quad Pd(\text{g}/t) = \frac{\rho_2 V_1 + \rho_5 V_2}{\frac{m_2}{m_1} \times m} \quad (8)$$

[0027] 其中,  $m$  为试样质量, 单位为  $g$ ;  $m_1$  为合粒A质量, 单位为  $mg$ ;  $m_2$  为合粒B重量, 单位为  $mg$ ;  $m_3$  为金粒质量, 单位为  $mg$ ;  $k$  为银的校正系数, 数值为 1.01。

[0028] 进一步地, 步骤S1中, 所述灰皿在  $920^{\circ}C$  试金炉内预先预热 30min。

[0029] 进一步地, 步骤S1中, 退火的条件为  $750^{\circ}C$  退火 5min。

[0030] 本发明的有益效果在于:

[0031] 1、由于分金渣贵金属含量高, 本发明采用火试金包铅灰吹处理样品, 利用高温灰吹分离贵金属和贱金属杂质, 对于银金比例过小的合粒, 通过分取一部分合粒A补银灰吹, 有效避免了因合粒A过大造成的补银和分金困难; 灰吹系数法解决了灰皿回收法对银补正所造成的流程长、操作繁琐等问题。本发明使用电感耦合等离子发射光谱法测定分别金粒中的银、铂、钯和分金液中的金、铂、钯实现了金和银量的补正, 提高了方法准确度。

[0032] 2、本发明方法可同时测定分金渣中金、银、铂和钯含量, 简化了实验程序, 操作简便, 降低了实验成本, 提高了样品测试速度, 有效提高了工作效率; 同时, 本方法测定范围广, 分析结果稳定, 精密度高。

### 具体实施方式

[0033] 以下将对本发明作进一步的描述, 需要说明的是, 本实施例以本技术方案为前提, 给出了详细的实施方式和具体的操作过程, 但本发明的保护范围并不限于本实施例。

[0034] 实施例1

[0035] 本实施例提供一种测定分金渣中金、银、铂和钯的检测方法, 具体过程如下:

[0036] 1、分析

[0037] 准确称取 0.40g (精确至 0.0001g) 试样, 用至少 20g 的铝箔包裹, 小心搓成铅扣, 然后将样品放入已在  $920^{\circ}C$  试金炉内预热 30min 的灰皿中, 关闭炉门 2~3min, 待铅液表面黑色膜脱去后, 稍开炉门使炉温尽快降至  $880^{\circ}C$  进行灰吹, 当合粒出现闪光后, 灰吹结束。用小镊子将合粒A从灰皿中取出, 刷去粘附杂质, 置于 30mL 瓷坩埚中, 加入 20mL (1+4) 乙酸溶液, 置于电炉上保持近沸, 并蒸至约 10mL, 取下冷却, 倾出液体, 用热水洗涤三次, 放在电炉上烤干, 取下冷却, 称重, 即为合粒A质量。

[0038] 将合粒A碾片退火后任意分取约十分之一进行补银, 称取约 0.3 倍于合粒A质量的纯银粉, 用 5g 左右铝箔将分取的十分之一合粒A和纯银包裹, 然后进行灰吹得到合粒B, 再将合粒B锤成薄片并退火, 然后转入分金的步骤。

[0039] 将已退火的合粒B的薄片置于 30mL 瓷坩埚中, 加入 25mL (1+1) 热硝酸溶液, 在水浴锅上保持近沸水浴 30min, 用倾泻法将溶液移入 100mL 烧杯中, 用热水洗涤坩埚壁二次 (洗涤液倒入原烧杯), 再加入 25mL (1+1) 热硝酸, 保持沸水浴 30min, 取下用倾泻法将溶液移入原分金液烧杯中, 再用热水洗涤坩埚壁及金粒三次以上, 将金粒洗净、烘干, 冷却至室温后称重。

[0040] 将盛有分金液的烧杯置于电热板上,  $90-150^{\circ}C$  低温加热至体积约 5mL-10mL, 取下, 稍冷, 加入 10mL 盐酸, 盖上表面皿, 加热微沸, 取下冷却至室温后, 将溶液与沉淀转移至 100mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀, 静置, 待测。

[0041] 将金粒置于 30mL 瓷坩埚中, 加入约 5mL 王水,  $90-150^{\circ}C$  低温加热至金粒全部溶解, 待氮氧化物赶尽后, 取下, 冷却, 溶液转移至 25mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀, 静置, 待

测。然后采用ICP-AES设定的参数和程序进行测定金、银、铂和钯含量,检测元素浓度超过曲线点应进行稀释再检测。

[0042] 以水调零,通过电感耦合等离子发射光谱仪测定分金溶液中残留的金、钯、铂各元素的发射强度,金粒溶解液中铂、钯、银元素的发射强度。分别从工作曲线上查出各元素相应的质量浓度,分别按式(1)、式(2)、式(3)、式(4)计算出分金液中铂钯质量、金量和金粒中铂钯量、银量。

$$[0043] \quad m_4 = (\rho_1 + \rho_2) \times V_1 \times 10^{-3} \quad (1)$$

$$[0044] \quad m_5 = \rho_3 \times V_1 \times 10^{-3} \quad (2)$$

$$[0045] \quad m_6 = (\rho_4 + \rho_5) \times V_2 \times 10^{-3} \quad (3)$$

$$[0046] \quad m_7 = \rho_6 \times V_2 \times 10^{-3} \quad (4)$$

[0047] 其中, $m_4$ 为分金液中的铂钯质量,单位为mg; $m_5$ 为分金液中金质量,单位为mg; $m_6$ 为金粒中的铂钯质量,单位为mg; $m_7$ 为金粒中的银质量,单位为mg; $\rho_1$ 为分金溶液中铂的质量浓度,单位为 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ; $\rho_2$ 为分金溶液中钯的质量浓度,单位为 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ; $\rho_3$ 为分金溶液中金的质量浓度,单位为 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ; $\rho_4$ 为金粒溶解液中铂的质量浓度,单位为 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ; $\rho_5$ 为金粒溶解液中钯的质量浓度,单位为 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ; $\rho_6$ 为金粒溶解液中银的质量浓度,单位为 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ; $V_1$ 为分金溶液体积,单位为mL; $V_2$ 为金粒溶解液体积,单位为mL。

[0048] 2、工作曲线的绘制

[0049] 将表1所示系列标准溶液引入ICP-AES,按软件规定的程序,以零浓度为空白,采集系列标准溶液各元素的强度,绘制各元素工作曲线并存入计算机(各元素的工作曲线的线性相关系数应大于0.999,否则需重新绘制)。

[0050] 将试样溶液引入ICP-AES采集各元素的强度,由计算机自动计算出结果并输出(检测元素浓度超过曲线点应进行稀释再检测)。

[0051] 表1混合标准溶液

标准序号	元素	浓度/( $\mu\text{g}/\text{L}$ )	介质
[0052] 混合标准溶液	Au、Ag、Pt、Pd	0.00、0.20、0.50、1.00、2.00、5.00	10%王水

[0053] 3、分析结果的计算

[0054] 金、银、铂和钯含量分别按下式(5)、(6)、(7)、(8)计算:

$$[0055] \quad Au(\text{Kg}/t) = \frac{m_3 + m_5 - m_6}{\frac{m_2}{m_1} \times m} \quad (5)$$

$$[0056] \quad Ag(\text{Kg}/t) = \frac{m_2 + m_7 - m_3}{\frac{m_2}{m_1} \times m} \times k \quad (6)$$

$$[0057] \quad Pt(\text{g}/t) = \frac{\rho_1 V_1 + \rho_4 V_2}{\frac{m_2}{m_1} \times m} \quad (7)$$

$$Pd(g/t) = \frac{\rho_2 V_1 + \rho_3 V_2}{\frac{m_2}{m_1} \times m} \quad (8)$$

[0059] 式中： $m$ 为试样量， $g$ ； $m_1$ 为合粒A重量， $mg$ ； $m_2$ 为分取合粒A重量， $mg$ ； $m_3$ 为金粒质量，单位为 $mg$ ； $k$ 为银的校正系数，数值为1.01。

#### [0060] 实施例2

[0061] 选取某厂铜阳极泥处理过程中的分金渣样品，按照实施例1所述分析方法进行加标回收及精密度试验，实验分析的金结果为325.815Kg/t、325.013Kg/t、326.052Kg/t、326.101Kg/t、325.711Kg/t、326.205Kg/t、325.809Kg/t，样品测定的相对标准偏差为0.12%，加入金量为130.00mg时，测得金量为259.47mg，金回收率为99%；银结果为308.650Kg/t、309.200Kg/t、308.711Kg/t、308.970Kg/t、307.899Kg/t、309.007Kg/t、308.100Kg/t，样品测定的相对标准偏差为0.16%，加入银量为125.00mg时，测得银量为249.85mg，银回收率为101%；铂结果为119.60g/t、118.70g/t、116.90g/t、116.57g/t、123.10g/t、120.40g/t、121.00g/t，样品测定的相对标准偏差为1.9%，加入铂量为0.050mg时，测得铂量为0.098mg，铂回收率为100%；钯结果为184.13g/t、185.00g/t、186.00g/t、181.50g/t、182.70g/t、188.50g/t、181.20g/t，样品测定的相对标准偏差为1.4%，加入钯量为0.10mg时，测得钯量为0.17mg，钯回收率为96%。

#### [0062] 实施例3

[0063] 选取某厂铜阳极泥处理过程中的分金渣样品，按照实施例1所述分析方法进行加标回收及精密度试验，实验分析的金结果为227.165Kg/t、227.943Kg/t、226.851Kg/t、226.487Kg/t、227.050Kg/t、227.569Kg/t、226.700Kg/t，样品测定的相对标准偏差为0.22%，加入金量为150.00mg时，测得金量为241.37mg，金回收率为101%；银结果为248.304Kg/t、247.697Kg/t、248.100Kg/t、248.701Kg/t、249.003Kg/t、247.802Kg/t、248.615Kg/t，样品测定的相对标准偏差为0.19%，加入银量为150.00mg时，测得银量为248.56mg，银回收率为99%；铂结果为162.71g/t、161.50g/t、159.60g/t、167.90g/t、163.10g/t、158.72g/t、165.51g/t，样品测定的相对标准偏差为2.0%，加入铂量为0.10mg时，测得铂量为0.162mg，铂回收率为95%；钯结果为95.83g/t、94.10g/t、93.20g/t、97.90g/t、98.01g/t、95.86g/t、95.90g/t，样品测定的相对标准偏差为1.8%，加入钯量为0.050mg时，测得钯量为0.089mg，钯回收率为103%。

#### [0064] 实施例4

[0065] 选取某厂铜阳极泥处理过程中的分金渣样品，按照实施例1所述分析方法进行加标回收及精密度试验，实验分析的金结果为251.149Kg/t、250.749Kg/t、252.000Kg/t、251.700Kg/t、252.100Kg/t、250.672Kg/t、250.998Kg/t，样品测定的相对标准偏差为0.23%，加入金量为100.00mg时，测得金量为199.37mg，金回收率为99%；银结果为482.099Kg/t、482.503Kg/t、481.745Kg/t、481.302Kg/t、482.700Kg/t、482.671Kg/t、481.730Kg/t，样品测定的相对标准偏差为0.11%，加入银量为200.00mg时，测得银量为391.45mg，银回收率为99%；铂结果为276.47g/t、271.44g/t、281.00g/t、276.50g/t、274.21g/t、275.34g/t、281.50g/t，样品测定的相对标准偏差为1.3%，加入铂量为0.20mg时，测得铂量为0.32mg，铂回收率为105%；钯结果为141.94g/t、138.45g/t、145.16g/t、

142.77g/t、135.98g/t、144.90g/t、146.80g/t,样品测定的相对标准偏差为2.7%,加入钯量为0.10mg时,测得钯量为0.16mg,钯回收率为103%。

[0066] 上述实施例2-4具体结果见表2,其性能检测数据均参照《YS/T1318.2-2019硫酸四氨钯化学分析方法第2部分:镁、铝、铬、锰、铁、镍、铜、锌、钨、铈、银、锡、铋、铂、金、铅、铋含量的测定电感耦合等离子体质谱法》获得。结果表明,样品测定的相对标准偏差在0.11%~2.7%之间,样品加标回收率在96%-105%之间。本方法结果准确度高、精密度好,满足分析要求。

[0067] 表2

试样	元素	测定值 g/t	RSD ( $n=7$ ) %	加标量 mg	测得总量 mg	回收率%
实施例 2	Au	325.815	0.12	130.00	259.47	99
	Ag	308.650	0.16	125.00	249.85	101
	Pt	119.60	1.9	0.050	0.098	100
	Pd	184.13	1.4	0.10	0.17	96
[0068] 实施例 3	Au	227.165	0.22	150.00	241.37	101
	Ag	248.304	0.19	150.00	248.56	99
	Pt	162.71	2.0	0.10	0.162	95
	Pd	95.83	1.8	0.050	0.089	103
实施例 4	Au	251.149	0.23	100.00	199.37	99
	Ag	482.099	0.11	200.00	391.45	99
	Pt	276.47	1.3	0.20	0.32	105
	Pd	141.94	2.7	0.10	0.16	103

[0069] 对于本领域的技术人员来说,可以根据以上的技术方案和构思,给出各种相应的改变和变形,而所有的这些改变和变形,都应该包括在本发明权利要求的保护范围之内。