

中华人民共和国国家标准

GB/T XXXX.XX—XXXX

铁矿石 金、银、铂、钯的测定 电感耦合等 离子体质谱法

Iron ores—Determination of gold,silver,platinum,palladium —Inductively coupled
plasma mass spectrometry method

(征求意见稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会

发布

前 言

本部分按照GB/T 1.1-2020给出的规则起草。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国铁矿石与直接还原铁标准化技术委员会（SAC/TC 317）归口。

本部分起草单位：中华人民共和国日照海关、中华人民共和国青岛海关、长春黄金研究院有限公司、冶金工业标准信息研究院。

本部分主要起草人：

铁矿石 金、银、铂、钯的测定 电感耦合等离子体质谱法

警示——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。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

GB/T XXXX 的本部分规定了电感耦合等离子体质谱法测定铁矿石中金、银、铂、钯含量的方法。本部分适用于铁矿石中的金、银、铂、钯元素含量的测定，其测定范围见表1。

表1 测定范围 (mg/kg)

元素	测定范围
金	0.010~2.00
银	0.010~2.00
铂	0.0050~2.00
钯	0.0050~2.00

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 6379.1 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第1部分：总则与定义

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第2部分：确定标准测量方法的重复性与再现性的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 6730.1 铁矿石 分析用预干燥试样的制备

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 10322.1 铁矿石 取样和制样方法

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶

3 原理

试料与混合熔剂按比例混合，高温熔融后灰吹，得贵金属合粒，分别用硝酸和王水溶解贵金属合粒得到测定银和金、铂、钯的溶液，导入电感耦合等离子体质谱仪测定。采用在线内标，以待测元素质谱信号与内标元素质谱信号的强度比与待测元素的浓度成正比进行定量分析。

4 试剂和材料

分析中除另有说明外,仅使用认可的分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的二级水或与其纯度相当的水。

- 4.1 无水碳酸钠 粉状。
- 4.2 硼砂 粉状。
- 4.3 黄色氧化铅 粉状(含金 $<0.25 \mu\text{g}/\text{kg}$; 银 $<0.25 \mu\text{g}/\text{kg}$; 铂 $<0.25 \mu\text{g}/\text{kg}$; 钯 $<0.25 \mu\text{g}/\text{kg}$)。
- 4.4 二氧化硅 粉状。
- 4.5 硝酸钾 粉状。
- 4.6 可溶性淀粉。
- 4.7 银粉, 纯度 $\geq 99.99\%$ 。
- 4.8 硝酸, $\rho 1.42 \text{ g/mL}$, 优级纯。
- 4.9 盐酸, $\rho 1.19 \text{ g/mL}$, 优级纯。
- 4.10 醋酸, $\rho 1.05 \text{ g/mL}$ 。
- 4.11 王水: 由硝酸(4.8)和盐酸(4.9)按1:3体积比混合制得, 现用现配。
- 4.12 硝酸溶液, 2+98。取适量硝酸(4.8)和水按体积比2: 98进行混匀。
- 4.13 醋酸(1+3)。
- 4.14 硝酸(1+1)。
- 4.15 硝酸银溶液(10 g/L): 称取0.5 g银粉(4.7)置于300 mL烧杯中, 加入10 mL水和2 mL硝酸(4.8), 微热至银溶解后, 转移并用水定容至50 mL容量瓶中。
- 4.16 金、银、铂、钯标准储备溶液(1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$): 按 GB/T 602 配制或使用有证标准溶液。
- 4.17 系列标准溶液: 用标准储备溶液(4.16)按表 2 配制金、铂、钯标准溶液系列, 介质为 2%王水; 银标准溶液单独配置, 介质为 2%硝酸(4.12), 配制浓度分别为 0.5、5、15、30、60、200 $\mu\text{g}/\text{L}$ 。

表 2 混合标准工作溶液系列配制浓度 ($\mu\text{g}/\text{L}$)

检测元素	标准空白	标准溶液 1	标准溶液 2	标准溶液 3	标准溶液 4	标准溶液 5	标准溶液 6
金	0	0.5	5	15	30	60	200
铂	0	0.5	5	15	30	60	200
钯	0	0.5	5	15	30	60	200

- 4.18 质谱调谐液: 1 $\mu\text{g}/\text{L}$ 锂、铯、铷、铟、铱的混合标准溶液, 按 GB/T 602 配制或使用有证标准溶液。
- 4.19 混合内标溶液: 10 mg/L 铋、铊的混合标准溶液, 按 GB/T 602 配制或使用有证标准溶液。
- 4.20 内标使用液(在线内标溶液): 取混合内标溶液(4.19) 2.5 mL 以 2%硝酸(4.12)定容至 50 mL, 得到浓度为 500 $\mu\text{g}/\text{L}$ 的标准内标使用液。
- 4.21 氩气: 纯度 $\geq 99.99\%$ 。
- 4.22 氦气: 纯度 $\geq 99.99\%$ 。

5 仪器

分析中除非特别说明, 使用通常实验室仪器。单标线容量瓶应符合 GB/T 12806 的规定。

- 5.1 电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS): 仪器工作参数参见附录 C。
- 5.2 微波消解仪: 工作参数参见附录 D。
- 5.3 试金电炉、灰吹炉: 最高加热温度 1200°C 。
- 5.4 分析天平: 感量 0.1 mg。
- 5.5 烘箱: 温度能控制在 $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 。

- 5.6 黏土坩埚：材质为耐火黏土，容积为 400 mL。在 1160℃ 时不熔化并不受样品和熔剂的腐蚀。坩埚尺寸大小要保证放置试料时不超过其深度的 3/4。
- 5.7 灰皿：由氧化镁制成，灰皿底部呈凹面，通常能盛 50g 铅。
- 5.8 瓷坩埚：容积为 30 mL。
- 5.9 铸铁模：由铸铁制成，具有足够容积，能盛装所有熔铅和熔渣。
- 5.10 控温电热板。
- 5.11 移液器：移液器量程 100 μL ，1000 μL ，10 mL。

6 取样和制样

6.1 实验室试样

按照 GB/T 10322.1 进行取制样，一般试样粒度应小于 100 μm 。如试样中化合水或易氧化物含量较高时，其粒度应小于 160 μm 。

注：化合水和易氧化物含量高的规定见 GB/T 6730.1。

6.2 预干燥试样

充分混匀实验室试样，采用份样缩分法取样。按 GB/T 6730.1 的规定，在 105 $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 温度下干燥试样，于干燥器中冷却至室温备用。

7 分析步骤

7.1 测定次数

按照附录 B，对同一预干燥试样，至少独立测定两次，结果取其测定的平均值。

注：“独立”是指再次及后续任何一次测定结果不受前面测定结果的影响。本分析方法中，此条件意味着在同一实验室，由同一操作员使用相同的设备、按相同的测试方法，在短时间内对同一被测对象独立进行重复测定，包括采用适当的再校准。

7.2 试料量

称取 10 g 的预干燥试样（见 6.2），精确至 0.001 g。试样称量操作应尽量快，以免试样再吸湿。

7.3 空白试验和验证试验

7.3.1 空白试验

除不加待测样品外，其他均按照 7.4~7.6 进行空白试验，所有试剂应取自同一试剂瓶。分析多个试料时，可使用一个空白值。

7.3.2 验证试验

随同试样分析同类型标准样品做验证试验。

7.4 贵金属的富集

7.4.1 试金配料

称取试料(7.2)、30 g 碳酸钠(4.1)、100 g 氧化铅(4.3)、13 g 二氧化硅(4.4)、8.5 g 硼砂(4.2)、适量硝酸钾(4.5)或淀粉(4.6)于黏土坩埚(5.6)中,混合均匀后,用小勺挖一小坑,加入 500 μ L 硝酸银溶液(4.15)。

注:硝酸钾和淀粉用量可通过还原力实验计算得到,还原力实验做法参见附录 E。

7.4.2 熔融

将配好料的坩埚置于 850 $^{\circ}$ C 的试金电炉中,40 min 内升温至 1000 $^{\circ}$ C \pm 20 $^{\circ}$ C,随后快速升温至 1160 $^{\circ}$ C,保持温度稳定,熔融 10 min 出炉。将熔融物倒入铸铁模中。冷却熔体,从熔渣中分离出铅扣。清除铅扣表面附着熔渣,并称重。适宜的铅扣重 25 g~35 g,否则应重新调整配料,重新熔融以得到合适质量的铅扣。

注:结束在试金电炉内放置坩埚时,试金电炉的温度不得低于 800 $^{\circ}$ C。

7.4.3 灰吹

将铅扣放入已在 900 $^{\circ}$ C 灰吹炉内预热 20 min 以上的灰皿(5.7)中,关闭炉门,熔化 4 min~5 min 脱膜,待完全脱膜(铅液完全变红)后,稍开炉门,逐渐降温至 865 $^{\circ}$ C 进行灰吹,随铅液减少,灰吹温度逐渐增加,至最后一滴铅液消失时,灰吹温度达到 880 $^{\circ}$ C,当灰皿中合粒出现闪光后即可拿出灰皿。

7.5 合粒的消解

7.5.1 用于银含量的检测

冷却至室温后,用小镊子从灰皿中取出 7.4.3 中得到的贵金属合粒,放在干净的铁砧上,用小锤锤扁,放到 30 mL 的瓷坩埚中,加入 10 mL 的硝酸(4.8),在低温电热板上保持近沸,蒸发至约 2 mL,取下冷却、过滤并转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

7.5.2 用于金、铂、钯含量的检测

冷却至室温后,用小镊子从灰皿中取出 7.4.3 中得到的贵金属合粒,放在干净的铁砧上,用小锤锤扁,放到 30 mL 的瓷坩埚中,加 20 mL 的醋酸(4.13)煮沸 5 min,用蒸馏水洗涤 3 次,放至电炉上烤干,取下冷却至室温,置于微波消解专用消化罐中,加入 5 mL 现配王水(4.11),待剧烈反应停止后,加盖套,旋紧容器盖,置于转盘中,放入炉膛内,参照附录 D 中的微波消解工作条件进行微波消解。待冷却后取出聚四氟乙烯罐,将罐内物用水冲洗、过滤并转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

7.6 定量测定

7.6.1 校准曲线的绘制

使用调谐液(见 4.18)调谐电感耦合等离子体质谱仪各项指标达到测定要求,依据仪器说明书建立分析程序,编辑测定方法(电感耦合等离子体质谱仪工作参数可参考附录 C.1),选择测定元素及对应的内标元素(参照附录 C.2),采用在线内标模式,按浓度由低到高顺序对两组标准系列溶液进行测定,各被测元素信号强度与其内标元素信号强度值之比为该元素的响应值,以该响应值为纵坐标、浓度为横坐标绘制校准曲线。

7.6.2 样品溶液测定

按顺序依次对空白溶液、试样待测液进行测定,从校准曲线上查得的浓度即为试液中各元素的浓度。

8 结果计算及其表示

8.1 被测元素含量的计算

按式（1）计算被测元素的含量：

$$\omega_i = \frac{(c_i - c_0) \times V}{m} \times 10^{-3} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ω_i ——试样中被测元素的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

c_i ——试料溶液中被测元素的浓度，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；

c_0 ——空白溶液中被测元素的浓度，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；

V ——试料溶液的体积，单位为毫升（mL）；

m ——试样的称样质量，单位为克（g）。

计算结果大于或等于1，表示到小数点后2位；小于1，保留2位有效数字。所得数据修约遵守GB/T 8170数值修约规则。

8.2 分析结果的一般处理

8.2.1 精密度

精密度数据是由5个实验室对3个铁矿石样品进行共同分析的试验结果，根据GB/T 6379.1和GB/T 6379.2进行统计分析得到的，方法的精密度见表3。

表3 方法的精密度 (mg/kg)

测定元素	含量	重复性限 r	再现性限 R
金	0.010~2.00	$r=0.058X+0.0011$	$R=0.126X+0.0020$
银	0.010~2.00	$r=0.039X+0.0016$	$R=0.131X+0.0017$
铂	0.0050~2.00	$r=0.032X - 0.00010$	$R=0.101X+0.0012$
钯	0.0050~2.00	$r=0.037X+0.0013$	$R=0.122X - 0.00011$

注：X为测试结果的平均值

8.2.2 分析结果的确定

按照附录B的步骤，根据式（1）计算独立重复测量的结果，与重复性限 r 作比较，确定最终分析结果。

8.2.3 实验室间精密度

实验室间精密度用以评价两个实验室报告的最终结果之间的一致性。两个实验室按照8.2.2中规定的相同步骤报告结果后，按式（2）计算：

$$\mu_{12} = \frac{\mu_1 + \mu_2}{2} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

μ_{12} ——最终结果的平均值；

μ_1 ——实验室 1 报告的最终结果；

μ_2 ——实验室 2 报告的最终结果。

如果 $|\mu_1 - \mu_2| \leq R$ ，两个实验室的最终结果是一致的。

8.2.4 正确度检查

正确度检查使用认证标准样品（CRM）或标准样品（RM）来进行验证，实验室最终结果用来与 CRM 或 RM 的标准值 A_c 比较，将出现两种可能：

a) $|\mu_c - A_c| \leq C$ ，在这种情况下，测量值与标准值之间无显著差异。

b) $|\mu_c - A_c| > C$ ，在这种情况下，测量值与标准值之间有显著差异。

式中：

μ_c ——CRM 或 RM 的测量值；

A_c ——CRM 或 RM 的标准值；

C ——其值取决于所使用 CRM/RM 的种类。

通过多个实验室间确定的认证标准样品（CRM）或标准样品（RM）的 C 值按式（3）计算：

$$C = \frac{1}{\sqrt{2}} \sqrt{R^2 - \frac{n-1}{n} r^2 + 8u^2} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

R ——实验室间再现性限；

r ——实验室内重复性限；

n ——标准样品重复测定次数；

u ——CRM/RM 样品标准值的不确定度。

9 试验报告

试验报告应包括下列信息：

a) 测试实验室名称和地址；

b) 试验报告发布日期；

c) 本部分的编号；

d) 试样本身必要的详细说明；

e) 分析结果；

f) 测定过程中存在的任何异常特性和在本标准中没有规定的可能对试样或标准样品的分析结果产生影响的任何操作。

附录 A
(资料性附录)
GB/T 6730的组成文件

GB/T 6730 的组成文件如下:

- GB/T 6730.1-2016 铁矿石 分析用预干燥试样的制备
- GB/T 6730.2-2018 铁矿石 水分含量的测定 重量法
- GB/T 6730.3-2017 铁矿石 分析样中吸湿水分的测定 重量法、卡尔费休法和质量损失法
- GB/T 6730.5-2022 铁矿石 全铁含量的测定 三氯化钛还原后滴定法
- GB/T 6730.6-2016 铁矿石 金属铁含量的测定 三氯化铁-乙酸钠滴定法
- GB/T 6730.7-2016 铁矿石 金属铁含量的测定 磺基水杨酸分光光度法
- GB/T 6730.8-2016 铁矿石 亚铁含量的测定 重铬酸钾滴定法
- GB/T 6730.9-2016 铁矿石 硅含量的测定 硫酸亚铁铵还原-硅钼蓝分光光度法
- GB/T 6730.10-2014 铁矿石 硅含量的测定 重量法
- GB/T 6730.11-2007 铁矿石 铝含量的测定 EDTA 滴定法
- GB/T 6730.12-2016 铁矿石 铝含量的测定 铬天青 S 分光光度法
- GB/T 6730.13-2007 铁矿石 钙和镁含量的测定 EGTA-CyDTA 滴定法
- GB/T 6730.14-2017 铁矿石 钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- GB/T 6730.16-2016 铁矿石 硫含量的测定 硫酸钡重量法
- GB/T 6730.17-2014 铁矿石 硫含量的测定 燃烧碘量法
- GB/T 6730.18-2006 铁矿石 磷含量的测定 钼蓝分光光度法
- GB/T 6730.19-2016 铁矿石 磷含量的测定 钼磷钼蓝分光光度法
- GB/T 6730.20-2016 铁矿石 磷含量的测定 滴定法
- GB/T 6730.21-2016 铁矿石 锰含量的测定 高碘酸钾分光光度法
- GB/T 6730.22-2016 铁矿石 钛含量的测定 二安替吡啉甲烷分光光度法
- GB/T 6730.23-2006 铁矿石 钛含量的测定 硫酸铁铵滴定法
- GB/T 6730.24-2006 铁矿石 稀土总量的测定 萃取分离-偶氮氯膦 mA 分光光度法
- GB/T 6730.25-2021 铁矿石 稀土总量的测定 草酸盐重量法
- GB/T 6730.26-2017 铁矿石 氟含量的测定 硝酸钍滴定法
- GB/T 6730.27-2017 铁矿石 氟含量的测定 镧-茜素络合脘分光光度法
- GB/T 6730.28-2021 铁矿石 氟含量的测定 离子选择电极法
- GB/T 6730.29-2016 铁矿石 钡含量的测定 硫酸钡重量法
- GB/T 6730.30-2017 铁矿石 铬含量的测定 二苯基碳酰二肼分光光度法
- GB/T 6730.31-2017 铁矿石 钒含量的测定 N-苯甲酰苯胺萃取分光光度法
- GB/T 6730.32-2013 铁矿石 钒含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法
- GB/T 6730.34-2017 铁矿石 锡含量的测定 邻苯二酚紫-溴化十六烷基三甲胺分光光度法
- GB/T 6730.35-2016 铁矿石 铜含量的测定 双环己酮草酰二脘分光光度法
- GB/T 6730.36-2016 铁矿石 铜含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- GB/T 6730.37-2017 铁矿石 钴含量的测定 4-[(5-氯-2-吡啶)偶氮]-1, 3-二氨基苯分光光度法
- GB/T 6730.38-2017 铁矿石 钴含量的测定 亚硝基-R 盐分光光度法
- GB/T 6730.39-2017 铁矿石 镍含量的测定 丁二酮肟分光光度法
- GB/T 6730.42-2017 铁矿石 铅含量的测定 双硫脘分光光度法

- GB/T 6730.44-2017 铁矿石 锌含量的测定 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚分光光度法
- GB/T 6730.45-2006 铁矿石 砷含量的测定 砷化氢分离-砷钼蓝分光光度法
- GB/T 6730.46-2006 铁矿石 砷含量的测定 蒸馏分离-砷钼蓝分光光度法
- GB/T 6730.47-2017 铁矿石 铋含量的测定 氯代磺酚 S 分光光度法
- GB/T 6730.48-2021 铁矿石 铋含量的测定 二硫代二安替吡啶甲烷分光光度法
- GB/T 6730.49-2017 铁矿石 钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- GB/T 6730.50-2016 铁矿石 碳含量的测定 气体容量法
- GB/T 6730.51-1986 铁矿石化学分析方法 烧碱石棉吸收重量法测定碳酸盐中碳量
- GB/T 6730.52-2018 铁矿石 钴含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- GB/T 6730.53-2004 铁矿石 锌含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- GB/T 6730.54-2004 铁矿石 铅含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- GB/T 6730.55-2019 铁矿石 锡含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- GB/T 6730.56-2019 铁矿石 铝含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- GB/T 6730.57-2004 铁矿石 铬含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- GB/T 6730.58-2017 铁矿石 钒含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- GB/T 6730.59-2017 铁矿石 锰含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- GB/T 6730.60-2022 铁矿石 镍含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- GB/T 6730.61-2022 铁矿石 碳和硫含量的测定 高频燃烧红外吸收法
- GB/T 6730.62-2005 铁矿石 钙、硅、镁、钛、磷、锰、铝和钡含量的测定 波长色散 X 射线荧光光谱法
- GB/T 6730.63-2006 铁矿石 铝、钙、镁、锰、磷、硅和钛含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法
- GB/T 6730.64-2022 铁矿石 水溶性氯化物含量的测定 离子选择电极法
- GB/T 6730.65-2009 铁矿石 全铁含量的测定 三氯化钛还原重铬酸钾滴定法（常规方法）
- GB/T 6730.66-2009 铁矿石 全铁含量的测定 自动电位滴定法
- GB/T 6730.67-2009 铁矿石 砷含量的测定 氢化物发生原子吸收光谱法
- GB/T 6730.68-2009 铁矿石 灼烧减量的测定 重量法
- GB/T 6730.69-2010 铁矿石 氟和氯含量的测定 离子色谱法
- GB/T 6730.70-2013 铁矿石 全铁含量的测定 氯化亚锡还原滴定法
- GB/T 6730.71-2014 铁矿石 酸溶亚铁含量的测定 滴定法
- GB/T 6730.72-2016 铁矿石 砷、铬、镉、铅和汞含量的测定 电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）
- GB/T 6730.73-2016 铁矿石 全铁含量的测定 EDTA 光度滴定法
- GB/T 6730.74-2017 铁矿石 镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- GB/T 6730.75-2017 铁矿石 钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- GB/T 6730.76-2017 铁矿石 钾、钠、钒、铜、锌、铅、铬、镍、钴含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法
- GB/T 6730.77-2019 铁矿石 砷含量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法
- GB/T 6730.78-2019 铁矿石 镉含量的测定 石墨炉原子吸收光谱法
- GB/T 6730.79-2019 铁矿石 镉含量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法
- GB/T 6730.80-2019 铁矿石 汞含量的测定 冷原子吸收光谱法
- GB/T 6730.81-2020 铁矿石 多种微量元素含量的测定 电感耦合等离子体质谱法
- GB/T 6730.82-2020 铁矿石 钡含量的测定 EDTA 滴定法
- GB/T 6730.83-2022 铁矿石 灼烧减量的测定 吸湿水校正重量法

GB/T 6730.84-2023 铁矿石 稀土总量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

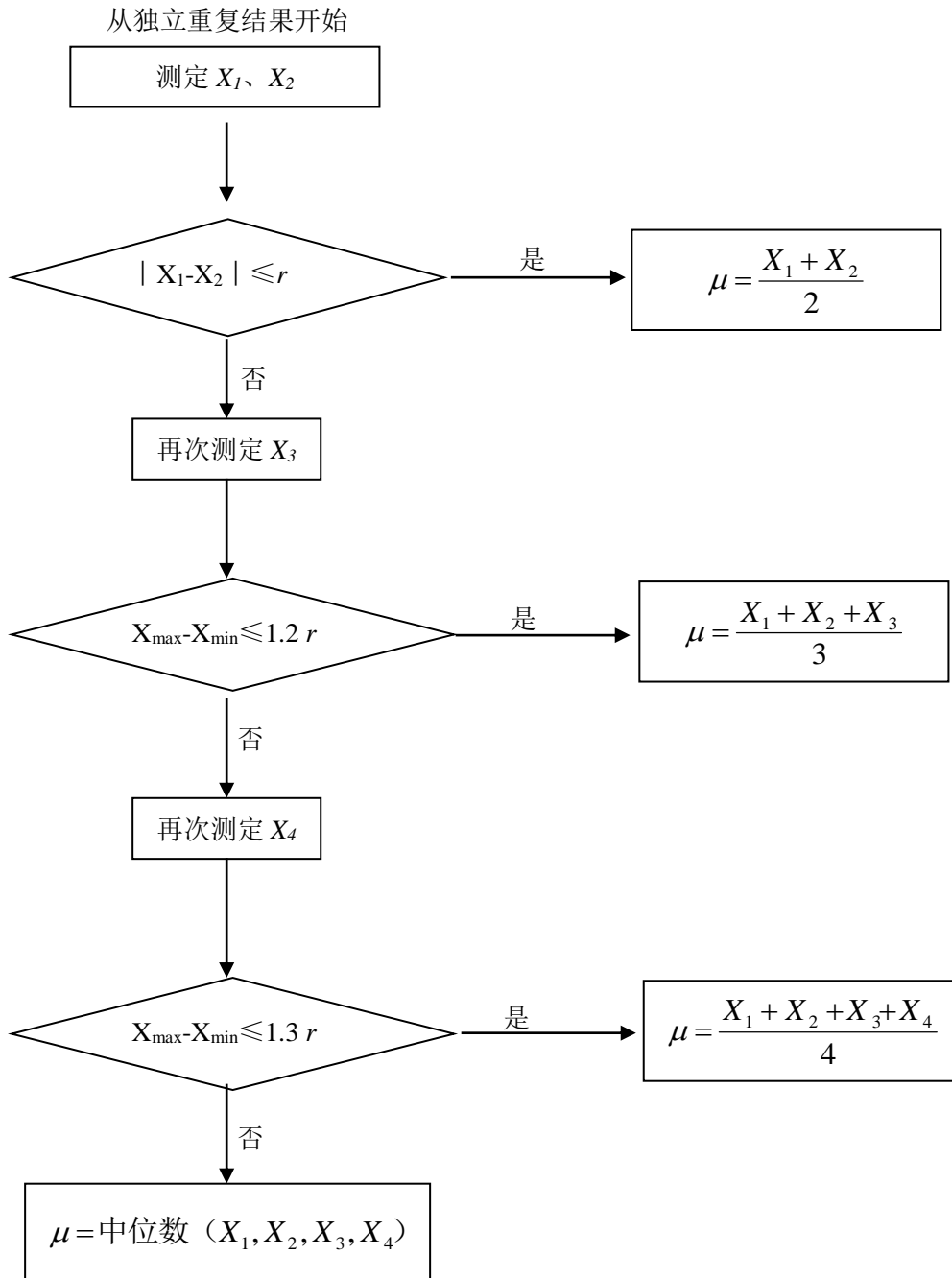
GB/T 6730.85-2023 铁矿石 化学分析用有证标准样品的制备和定值

GB/T 6730.86-2023 铁矿石 放射性核素的测定 电感耦合等离子质谱法

GB/T 6730.87-2023 铁矿石 全铁及其它多元素含量的测定 波长色散 X 射线荧光光谱法(钴内标法)

附录 B
(规范性附录)
试样分析结果验收程序

试样分析结果验收程序见图B.1。



注： r 为重复性限，见表3。

图 B. 1 试样分析结果接受程序流程图

附录 C
(资料性附录)

电感耦合等离子体质谱仪工作参数与待测元素及内标元素测定质量数

电感耦合等离子体质谱仪的工作参数见表 C.1，待测元素及对应内标元素测定质量数见表 C.2。

表 C.1 电感耦合等离子体质谱仪工作参数

项目	工作参数	项目	工作参数
RF 发射功率	1300 W	采样模式	全定量
雾化器	Mistflow	扫描方式	跳峰
雾化室温度	2 °C	每点停留时间	0.1 sec
炬管	2.5 mm 中心通道	测量点/峰	3
采样锥/截取锥	1.0/0.4 mmNi 锥	重复次数	3
蠕动泵转速	0.1 rps	元素积分时间	0.3 sec
分析室真空度	2×10^{-4}	质谱计数模式	脉冲/模拟 (P/R)
冷却器氩气流速	12 L/min	质量分辨率	0.65~0.8 amu
载气氩气流速	1.18 L/min	氧化物	< 1.5 %
采样深度	7.9 mm	双电荷	< 2 %
碰撞模式	He 模式	He 气流量	4.8 ml/min

表 C.2 待测元素及对应内标元素测定质量数

待测元素	¹⁹⁷ Au	¹⁰⁷ Ag	¹⁹⁵ Pt	¹⁰⁵ Pd
内标元素	²⁰⁹ Bi	¹⁰³ Rh	²⁰⁹ Bi	¹⁰³ Rh

附录 D
(资料性附录)
微波消解仪的工作参数

微波消解仪的工作参数见表 D.1。

表 D.1 微波消解仪的工作参数

步骤	步骤温度 (°C)	保持时间 (min)	升温斜率 (°C/min)	保护压力 (kPa)
1	120	3	20	1500
2	150	10	10	1500
3	180	10	10	1500
4	200	10	10	1500

附录 E
(资料性附录)
还原力实验

还原力实验做法如下:

称取 5 g 试样(见 6.2)、10 g 碳酸钠(4.1)、60 g 氧化铅(4.3)、5 g 二氧化硅(4.4)、5 g 硼砂(4.2)于黏土坩埚(5.6)中,混合均匀。将配好料的坩埚置于 850 °C 的试金电炉中,40 min 内缓慢升温至 1000 °C ± 20 °C,随后快速升温至 1160 °C,保持温度稳定,熔融 10 min 出炉。将熔融物倒入铸铁模中。冷却熔体,从熔渣中分离出铅扣。清除铅扣表面附着熔渣,称取铅扣质量。

试样还原力通过式(E.1)计算得到:

$$F = \frac{m_1}{m_2} \quad \dots\dots\dots (E.1)$$

式中:

F ——试样还原力;

m_1 ——还原力实验中得到的铅扣质量,单位为克(g);

m_2 ——还原力实验中所用的试样质量,单位为克(g)。

通过式(E.2)和式(E.3)计算熔融实验中硝酸钾或者淀粉的用量:

$$m_3 = \frac{F \times m_6 - m_5}{4} \quad \dots\dots\dots (E.2)$$

$$m_4 = \frac{m_5 - F \times m_6}{12} \quad \dots\dots\dots (E.3)$$

式中:

m_3 ——熔融实验中硝酸钾的用量,单位为克(g);

m_4 ——熔融实验中淀粉的用量,单位为克(g);

m_5 ——铅扣的目标质量,以 30 g 计算;

m_6 ——熔融实验中所用的试料(7.2)质量,单位为克(g)。