

ICS 73.060
D 46



中华人民共和国国家标准

GB/T 17418.4—1998

地球化学样品中贵金属分析方法 硫脲富集-催化分光光度法测定铱量

Methods for analysis of noble metals in geochemical samples
—Determination of iridium content-Preconcentration
by thiourea-Catalytic spectrophotometric method

1998-06-17 发布

1999-01-01 实施

国家质量技术监督局 发布

前 言

痕量超痕量贵金属元素测定是难项。据调研,国内外尚未制订岩石中痕量和超痕量贵金属元素分析方法国家标准,因此目前尚无相当的国际标准或国外先进标准可供采用。

本标准方法是我国分析化学家多年研究的成果。其中高灵敏度的催化光度法测定钨、钼、铀和催化极谱法测定铂、铑,可测定岩石中 10^{-9} 铂族元素,尤其是小试金光谱法同时测定地质样品中 $0. \times \times 10^{-9}$ 级铂、钯、金方法研究成功,使我国分析超痕量铂钯金方法达到世界领先水平。并为化探贵金属提供了快速准确的分析方法。

本标准方法的特点是用实验室的常规设备可以分析痕量贵金属。制订的标准方法可以在地矿行业各级实验室推广应用。

本标准包括下列内容:1.《总则及一般规定》;2.《催化极谱法测定铂和铑》;3.《石墨炉原子吸收分光光度法测定钯》;4.《催化分光光度法测定铀》;5.《催化分光光度法测定钨和钨》;6.《火试金-发射光谱法测定铂、钯、金》。

本标准的附录都是提示的附录。

本标准由中华人民共和国地质矿产部提出。

本标准由地质矿产部岩矿测试技术研究所归口。

本标准负责起草单位:地质矿产部岩矿测试技术研究所。参加起草单位:地质矿产部郑州矿产综合利用研究所。

本标准主要起草人:颜茂弘、曾法刚、林玉南、沈振兴。

中华人民共和国国家标准

地球化学样品中贵金属分析方法 硫脲富集-催化分光光度法测定铱量

GB/T 17418.4—1998

Methods for analysis of noble metals in geochemical samples
—Determination of iridium content-Preconcentration
by thiourea-Catalytic spectrophotometric method

1 范围

本标准规定了地质物料中铱的测定方法。

本标准适用于超基性岩等含铂族元素的岩石及地质物料中铱的测定。测定范围： $1 \times 10^{-9} \sim 5 \times 10^{-6}$ 。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 1.4—88 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB/T 14505—93 岩石和矿石化学分析方法总则及一般规定

GB/T 17418.1—1998 地球化学样品中贵金属分析方法总则及一般规定

DZG 93-010 铂族元素矿石分析规程

3 方法提要

试样经灼烧除硫及有机质后,用过氧化钠分解。水提取,以硫酸酸化,加氢氟酸除硅。在浓硫酸介质中,加热至 230℃时,硫脲与铱、铑、铂、钯等贵金属元素生成硫化物沉淀,从而与大量贱金属分离。加硝酸-硫酸溶解沉淀并破坏滤纸及硫磺。再用硫酸锂-焦硫酸钠熔融,使铱、铑等铂族元素转化为硫酸盐络合物。利用铱能催化钪(Ⅳ)-砷(Ⅲ)体系的氧化还原反应,且催化反应速度与铱的浓度成比例,借此测定微量铱。

采用固定浓度法时,适用的测定范围是 2 ng/mL ~ 10 ng/mL;固定时间法为 0.2 ng/mL ~ 2 ng/mL。延长反应时间可测定低至 0.01 ng/mL 的铱。

4 试剂

4.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

4.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

4.3 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

4.4 硫酸(1+1)。

4.5 硫酸 $c(\text{H}_2\text{SO}_4)=1 \text{ mol/L}$ 。

4.6 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL)。

国家质量技术监督局 1998-06-17 批准

1999-01-01 实施