



中华人民共和国国家标准

GB/T 17418.5—1998

地球化学样品中贵金属分析方法 蒸馏分离-催化分光光度法 测定钌量和锇量

Methods for analysis of noble metals in geochemical samples
—Determination of ruthenium and osmium content—Separation
by distillation-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钼和钨》;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 蒸馏分离-催化分光光度法 测定钌量和锇量

GB/T 17418.5—1998

Methods for analysis of noble metals in geochemical samples
—Determination of ruthenium and osmium content—Separation
by distillation—Catalytic spectrophotometric method

1 范围

本标准规定了地质物料中钌、锇的测定方法。

本标准适用于超基性岩等含铂族元素岩石及地质物料中钌和锇的测定。测定范围： $1 \times 10^{-9} \sim 1 \times 10^{-6}$ 钌或锇。

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

试样经过氧化钠熔融,用硫酸酸化,加高锰酸钾作氧化剂,使钌和锇生成挥发性的四氧化物被蒸馏出来从而与伴生元素分离。采用盐酸-乙醇-硫酸溶液作钌、钌分离剂并还原吸收钌。当水蒸汽把第一吸收管中的溶液加热沸腾后,四氧化锇被蒸至第二吸收管中由三氧化二砷还原吸收。利用钌和锇对 Ce(IV)-As(III)体系的催化作用,分别进行钌、锇的分光光度测定。

经蒸馏分离之后,能影响测定的元素只有卤素。加入硫酸汞可以消除。

采用固定时间法时,可测定含量 $< 0.05 \times 10^{-6}$ 钌或锇;采用固定浓度法时,可测定含量 $> 0.05 \times 10^{-6}$ 的钌、锇。

4 试剂

4.1 硫酸($\rho 1.84 \text{ g/mL}$)。

4.2 硫酸(1+1)。

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

4.4 盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$)。

国家质量技术监督局 1998-06-17 批准

1999-01-01 实施