



中华人民共和国国家标准

GB/T 17418.6—1998

地球化学样品中贵金属分析方法 火试金富集-发射光谱法 测定铂量、钯量和金量

Methods for analysis of noble metals in geochemical samples
—Determination of platinum palladium and gold content-Preconcentration
by fire assay-Emission spectrographic 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

火试金富集-发射光谱法

测定铂量、钯量和金量

GB/T 17418.6—1998

Methods for analysis of noble metals in geochemical samples
—Determination of platinum palladium and gold content-Preconcentration
by fire assay-Emission spectrographic method

1 范围

本标准规定了地质物料中铂、钯和金的测定方法。

本标准适用于岩石及地球化学地质物料中铂、钯和金的测定。不适用于铬铁矿等矿石中铂、钯和金的测定。

测定范围:铂 $0.2 \times 10^{-9} \sim 0.1 \times 10^{-6}$, 钯 $0.1 \times 10^{-9} \sim 0.1 \times 10^{-6}$, 金 $0.1 \times 10^{-9} \sim 0.1 \times 10^{-6}$ 。

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

试样与火试金熔剂混合,加入 1 mg 银,在 950℃ 熔融得到含贵金属的铅扣。铅扣与熔渣分离后在 900℃ 灰吹得含铂、钯和金的银合粒。把银合粒装入电极,以发射光谱法同时测定铂、钯和金的含量。

4 试剂

4.1 碳酸钠、工业纯。粉状。

4.2 硼砂 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 工业纯。粉状。

4.3 碱式碳酸铅 $2\text{PbCO}_3 \cdot \text{Pb}(\text{OH})_2$ 粉状。

铂、钯和金的含量皆应小于 0.05×10^{-9} 。试剂制备方法如下:

称取 1.2 kg 氧化铅(工业纯),放入 5 000 mL 烧杯中,加 3 500 mL 自来水。在搅拌下加入 600 mL 硝酸($\rho 1.42 \text{ g/mL}$)和 100 mL 冰乙酸。搅拌 25 min。另取 1 g 二苯基硫脲,溶于 15 mL 热的冰乙酸中,趁热将此溶液倒入铅盐溶液中,继续搅拌 2 h。加入 1 g 活性炭(粒度为 0.074 mm),再搅拌 1 h。减压过滤。滤液盛于 20 L 塑料桶中。不溶物弃去。

国家质量技术监督局 1998-06-17 批准

1999-01-01 实施