



中华人民共和国国家标准

GB/T 17418.5—2010
代替 GB/T 17418.5—1998

地球化学样品中贵金属分析方法 第 5 部分：钌量和锇量的测定 蒸馏分离-催化分光光度法

Methods for analysis of noble metals in geochemical samples—
Part 5: Determination of ruthenium and osmium content—
Separation by distillation-catalytic spectrophotometric method

2010-11-10 发布

2011-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 17418《地球化学样品中贵金属分析方法》分为七个部分：

- 第 1 部分：总则及一般规定；
- 第 2 部分：铂量和铑量的测定 硫脲富集-催化极谱法；
- 第 3 部分：钯量的测定 硫脲富集-石墨炉原子吸收分光光度法；
- 第 4 部分：铱量的测定 硫脲富集-催化分光光度法；
- 第 5 部分：钌量和锇量的测定 蒸馏分离-催化分光光度法；
- 第 6 部分：铂量、钯量和金量的测定 火试金富集-发射光谱法；
- 第 7 部分：铂族元素的测定 镍铈试金-电感耦合等离子体质谱法。

本部分为 GB/T 17418 的第 5 部分。

本部分代替 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》。

本部分与 GB/T 17418.5—1998 相比，主要变化如下：

- 增加了警告；
- 明确了以质量分数表示测定范围；
- 仪器中增加了天平；
- 规范了标准中的名词；
- 将“标准试样”改为“标准物质”；
- 修改补充了结果计算的内容；
- 修改简化了试料量表、试液分取量表的内容；
- 改变了部分试剂顺序和硫化物烘样条件。

本部分由中华人民共和国国土资源部提出。

本部分由全国国土资源标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位：国家地质实验测试中心。

本部分起草单位：浙江省地质矿产研究所。

本部分主要起草人：郑存江、胡勇平、刘清辉。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 17418.5—1998。

地球化学样品中贵金属分析方法

第5部分:钨量和钽量的测定

蒸馏分离-催化分光光度法

警告——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 17418 的本部分规定了地球化学样品中钨、钽的测定方法。

本部分适用于含铂族元素的超基性岩等地质物料中钨、钽的测定。测定范围,以质量分数表示:
1 ng/g~1 μg/g。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 17418 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 17418.1 地球化学样品中贵金属分析方法 总则及一般规定

3 原理

试料经过氧化钠熔融,用硫酸酸化,加高锰酸钾作氧化剂,使钨和钽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-硫酸溶液作钽、钨分离剂并还原吸收钨。当水蒸汽把第一吸收管中的溶液加热沸腾后,四氧化钽被蒸至第二吸收管中由三氧化二砷还原吸收。利用钨和钽对 Ce(IV)-As(III)体系的催化作用,分别进行钨、钽的分光光度测定。

经蒸馏分离之后,卤素影响测定的元素。加入硫酸汞可以消除。

采用固定时间法时,可测定含量<50 ng/g 钨或钽;采用固定浓度法时,可测定含量>50 ng/g 的钨、钽。

4 试剂

- 4.1 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。
- 4.2 硫酸(1+1)。**警告**——不当的稀释易发生危险。
- 4.3 硫酸 $c(\text{H}_2\text{SO}_4)=1 \text{ mol/L}$ 。
- 4.4 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 4.5 乙醇。
- 4.6 氯化钠溶液 $w(\text{NaCl})=20\%$ 。
- 4.7 过氧化钠。
- 4.8 氢氧化钠。
- 4.9 三氧化二砷。
- 4.10 硫酸汞。
- 4.11 硫酸铈铵 $\{\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 2(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}\}$ 。