

ICS 73.060  
D 46



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 17418.3—2010  
代替 GB/T 17418.3—1998

GB/T 17418.3—2010

## 地球化学样品中贵金属分析方法 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

Methods for analysis of noble metals in geochemical samples—  
Part 3: Determination of palladium content—  
Preconcentration by thiourea-graphite furnace atomic absorption  
spectrophotometric method

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  
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  
GB/T 17418.3—2010

\*  
中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

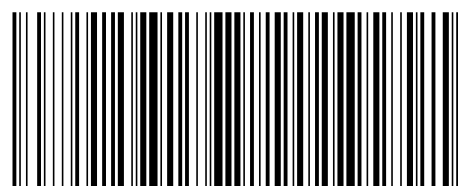
网址 www.spc.net.cn  
电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*  
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字  
2010年12月第一版 2010年12月第一次印刷

\*  
书号:155066·1-41141 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68533533



GB/T 17418.3—2010

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 3 部分。

本部分代替 GB/T 17418.3—1998《地球化学样品中贵金属分析方法 硫脲富集-石墨炉原子吸收分光光度法测定钯量》。

本部分与 GB/T 17418.3—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；
- 规范了标准中的名词；
- 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；
- 删除仪器对仪器检出限、工作曲线和精密度的要求；
- 删除附录 A。

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、章秋芳。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 17418.3—1998。

## 7.5 工作曲线的配制

### 7.5.1 工作曲线系列溶液的配制

移取 1.00 mL 钯标准溶液[4.18c)]于 30 mL 瓷坩埚中,加入 0.5 g 硫酸锂-焦硫酸钠混合盐(4.14)、10 滴硫酸(4.5)、5 滴硝酸(4.3)、10 滴高氯酸(4.8)。将坩埚置于电热板上加热蒸发至冒尽白烟。取下坩埚,补加 1 g 硫酸锂-焦硫酸钠混合盐(4.14),盖上坩埚盖,随同试料将坩埚放在 600 °C 高温炉中熔融 12 min,取出坩埚,放置冷却至室温。用水提取并移入 25 mL 比色管中,摇匀。此溶液 1 mL 含 0.004 0 μg 钯。

移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 钯标准溶液(7.5.1)置于一组 10 mL 比色管中,以硫酸锂-焦硫酸钠溶液(4.15)稀释至 5 mL,加 5 mL 盐酸(4.1),摇匀。加 1 mL DDO 溶液(4.16),摇匀,放入 60 °C 温水中保温 30 min,取出冷却至室温,加入 1 mL 石油醚-氯仿混合溶液(4.17),激烈振荡萃取 1 min,分层后,按 7.5.2 步骤测定有机相中钯的吸光度。

### 7.5.2 绘制工作曲线

按优化的仪器工作条件测量钯的吸光度,工作曲线系列每一溶液的平均吸光度减去零浓度溶液的平均吸光度,为钯工作曲线系列溶液的净吸光度。以钯的浓度为横坐标,净吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

## 7.6 石墨炉原子吸收法测量吸光度

在配有石墨炉装置的原子吸收分光光度计上,调节波长为 244.8 nm,狭缝为 0.7 nm,装好石墨炉,接通冷却水及保护气体(一般采用氩气)按石墨炉升温程序设计好各个步骤,用 20 μL 或 50 μL 微量吸液器吸取工作曲线系列溶液浓度为零的溶液调零,然后按浓度由低到高的顺序吸取溶液注入石墨炉中,测量钯工作曲线系列溶液和待测试料溶液(包括空白与标准样品)。每个溶液至少测量两次,记下获得的稳定读数,求得各自的平均吸光度。

在测量试料溶液的过程中,应经常测量工作曲线系列溶液中的某一份,以了解仪器的稳定性,如果该溶液的读数有明显变化,则应重新测量全部工作曲线系列溶液后再继续测量。

## 7.7 定容

将试料溶液的平均吸光度和随同试料的空白溶液平均吸光度,从工作曲线上分别查出试料溶液和空白溶液中钯的浓度(ng/mL)。

## 8 结果计算

按(1)式计算钯的含量  $w$ ,以质量分数纳克每克(ng/g)表示:

$$w(\text{Pd}) = \frac{(m_1 - m_0) \times VV_2}{mV_1V_3} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$m_1$ ——从工作曲线上查得试料溶液的钯量,单位为纳克(ng);

$m_0$ ——从工作曲线上查得试料空白溶液的钯量,单位为纳克(ng);

$m$ ——试料量,单位为克(g);

$V$ ——试料分解后制成试料溶液总体积,单位为毫升(mL);

$V_1$ ——从试料溶液总体积中分取的体积,单位为毫升(mL);

$V_2$ ——分离富集后制成测定溶液体积,单位为毫升(mL);

$V_3$ ——从测定溶液中分取的体积,单位为毫升(mL)。

钯含量的计算结果以 ng/g 表示,有效位数为  $\times \times . \times . \times$ 、 $0. \times$ 。

# 地球化学样品中贵金属分析方法

## 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

**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钯的测定方法。

本部分适用于含铂族元素的超基性岩等地质物料中钯的测定。测定范围,以质量分数表示: 1 ng/g~0.5 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,加氢氟酸蒸发冒烟除硅。在浓硫酸介质中,加热至 230 °C 时,硫脲与钯、钼、铀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,使钯、钼等铂族元素转化为硫酸盐络合物。

钯在 6 mol/L 盐酸介质中与 DDO 形成的螯合物可用石油醚-氯仿萃取,使钯进一步被富集。有机相中钯以石墨炉原子吸收法测定。

## 4 试剂

4.1 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。

4.2 盐酸(1+1)。

4.3 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)。

4.4 硫酸( $\rho$ 1.84 g/mL)。

4.5 硫酸(1+1)。**警告**——不当的稀释易发生危险。

4.6 氢氟酸( $\rho$ 1.15 g/mL)。**警告**——氢氟酸有毒并有腐蚀性,小心操作。

4.7 磷酸( $\rho$ 1.69 g/mL)。

4.8 高氯酸( $\rho$ 1.67 g/mL)。优级纯。**警告**——易爆,小心操作。

4.9 过氧化钠。

4.10 过氧化氢( $\rho$ 1.11 g/mL)。

4.11 氯化钠溶液  $w(\text{NaCl})=20\%$ 。