

ICS 73.080
D 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 14506.29—2010

GB/T 14506.29—2010

硅酸盐岩石化学分析方法 第 29 部分：稀土等 22 个元素量测定

Methods for chemical analysis of silicate rocks—
Part 29: Determination of 22 elements including rare earth elements

中华人民共和国
国家标准
硅酸盐岩石化学分析方法
第 29 部分：稀土等 22 个元素量测定
GB/T 14506.29—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 1 字数 20 千字
2010 年 12 月第一版 2010 年 12 月第一次印刷

*
书号：155066·1-40973 定价 18.00 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 14506.29—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

参 考 文 献

- [1] EPA Method 200.8 Revision 5.4(1994)
- [2] 王蕾,何红蓼,李冰. 碱熔沉淀-等离子体质谱法测定地质样品中的多元素[J]. 岩矿测试, 2003,22(2):86-92.
- [3] 李冰,杨红霞. 电感耦合等离子体质谱原理和应用. 北京:地质出版社,2005.

前 言

GB/T 14506《硅酸盐岩石化学分析方法》由以下 30 部分组成:

- 第 1 部分:吸附水量测定;
- 第 2 部分:化合水量测定;
- 第 3 部分:二氧化硅量测定;
- 第 4 部分:三氧化二铝量测定;
- 第 5 部分:总铁量测定;
- 第 6 部分:氧化钙量测定;
- 第 7 部分:氧化镁量测定;
- 第 8 部分:二氧化钛量测定;
- 第 9 部分:五氧化二磷量测定;
- 第 10 部分:氧化锰量测定;
- 第 11 部分:氧化钾和氧化钠量测定;
- 第 12 部分:氟量测定;
- 第 13 部分:硫量测定;
- 第 14 部分:氧化亚铁量测定;
- 第 15 部分:锂量测定;
- 第 16 部分:铷量测定;
- 第 17 部分:铯量测定;
- 第 18 部分:铜量测定;
- 第 19 部分:铅量测定;
- 第 20 部分:锌量测定;
- 第 21 部分:镍和钴量测定;
- 第 22 部分:钒量测定;
- 第 23 部分:铬量测定;
- 第 24 部分:镉量测定;
- 第 25 部分:钼和钨量测定;
- 第 26 部分:钽量测定;
- 第 27 部分:镍量测定;
- 第 28 部分:16 个主次成分量测定;
- 第 29 部分:稀土等 22 个元素量测定;
- 第 30 部分:44 个元素量测定。

本部分为 GB/T 14506 的第 29 部分。

本部分的附录 A 为规范性附录,附录 B、附录 C 为资料性附录。

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。

本部分起草单位:国家地质实验测试中心。

本部分主要起草人:李冰、杨红霞、刘崑。

B.20 铌标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.143 0 g 光谱纯五氧化二铌(Nb_2O_5),置于聚四氟乙烯坩埚中,用水润湿。加入 5 mL 氢氟酸,盖上坩埚盖,在低温电热板上加热至溶解。移去坩埚盖冒烟至约 0.5 mL,加 10 mL 浓盐酸及少量水。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。摇匀后立即转移至 100 mL 塑料瓶中保存。

B.21 铊标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.117 9 g 光谱纯三氧化二铊(Hg_2O_3),置于聚四氟乙烯塑料坩埚中,以水润湿。加入 5.0 mL 氢氟酸,盖上坩埚盖在电热板上低温加热至完全溶解。打开坩埚盖蒸发至约 0.5 mL,加 10 mL 盐酸及少量水。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。摇匀后立即移入塑料瓶中保存。

B.22 钽标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.100 0 g 高纯金属钽(Ta),置于塑料坩埚中,加入 2 mL~3 mL 氢氟酸,盖上坩埚盖在电热板上低温加热至完全溶解。打开坩埚盖蒸发至约 0.5 mL,加入 10 mL 盐酸。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。摇匀后立即移入塑料瓶中保存。

B.23 铑标准溶液(0.1 mg/mL)

准确称取 0.038 6 g 光谱纯氯铑酸铵 $[(\text{NH}_4)_3\text{RhCl}_6 \cdot 1.5\text{H}_2\text{O}]$,置于烧杯中,加入 10 mL 盐酸和少量氯化钠溶解。移入 100 mL 容量瓶中,用盐酸(1+9)稀释至刻度,摇匀。

B.24 铼标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 1.440 6 g 高纯铼酸铵(NH_4ReO_4),置于烧杯中,用水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

B.25 锡标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.100 0 g 分析纯金属锡(Sn),置于烧杯中,加入 20 mL 盐酸(1+1),低温加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶,用盐酸(1+1)稀释至刻度,摇匀。

硅酸盐岩石化学分析方法

第 29 部分:稀土等 22 个元素量测定

警示——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 14506 的本部分规定了硅酸盐岩石中稀土等 22 个元素量的过氧化钠熔样-电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)测定方法。

本部分适用于硅酸盐岩石中锰、钴、钇、锆、铌、钡、镧、铈、镨、钕、钐、钆、铽、镱、铟、铊、铋、镉、铷、铯、钼、铀等 22 个元素量的测定,也适用于土壤、沉积物样品中上述元素量的测定。

测定范围:见附录 A。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 14506 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 14506.1 硅酸盐岩石化学分析方法 第 1 部分:吸附水量测定

3 原理

采用过氧化钠熔融法分解样品,被测元素在碱性介质中随基体元素一起沉淀,通过过滤分离掉大量熔剂,再将沉淀用酸溶解,用 ICP-MS 直接测定。

4 试剂和溶液

- 4.1 水,蒸馏水经离子交换纯化系统纯化。
- 4.2 过氧化钠,分析纯或优级纯。
- 4.3 氢氧化钠,优级纯或高纯。用水(4.1)制备成 20 mg/mL NaOH 溶液,备用。
- 4.4 硝酸(ρ 1.42 g/mL),优级纯或高纯,经亚沸蒸馏纯化后使用。
- 4.5 硝酸(1+1)。
- 4.6 氢氟酸(ρ 1.16 g/mL),优级纯或高纯,经亚沸蒸馏纯化后使用。**警示——**氢氟酸有毒,并有腐蚀性,操作时戴手套,防止皮肤接触。
- 4.7 单元素标准储备液:具体配制参见附录 B。
- 4.8 多元素混合标准储备溶液

直接分取单元素标准储备溶液(4.7)配制以下多元素混合标准储备溶液,也可用市售多元素混合标准储备溶液进行稀释得到(见表 1)。

注:制备多元素标准储备溶液时注意元素间的相容性和稳定性。元素的原始标准储备溶液进行检查以避免杂质影响标准的准确度。新配好的标准溶液转移至经过酸洗的、未用过的聚丙烯瓶中保存,并定期检查其稳定性。