

ICS 73.060
D 46



中华人民共和国国家标准

GB/T 17418.6—2010
代替 GB/T 17418.6—1998

GB/T 17418.6—2010

地球化学样品中贵金属分析方法 第6部分：铂量、钯量和金量的测定 火试金富集-发射光谱法

Methods for analysis of noble metals in geochemical samples—
Part 6: Determination of platinum, palladium and gold content—
Preconcentration by fire assay-emission spectrometry

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6部分：铂量、钯量和金量的测定
火试金富集-发射光谱法
GB/T 17418.6—2010

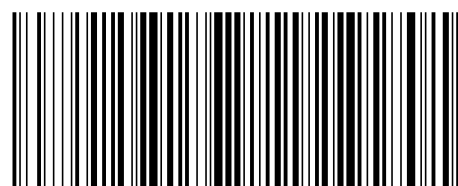
*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码：100045

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 13 千字
2011年1月第一版 2011年1月第一次印刷

*
书号：155066·1-41142 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 17418.6—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

附录 A
(资料性附录)

火试金富集-发射光谱法仪器工作参考条件

A.1 1 m 平面光栅摄谱仪,测定铂、钯和金的工作参考条件见表 A.1 和表 A.2。

表 A.1 仪器工作参考条件

仪器参数	电学参数	预燃时间	曝光时间
光栅刻度 1 200 条/mm 中心波长 290 nm 狭缝 10 μm 中间光栅 2 mm	交流电 220 V,10 A	5 s	35 s

A.2 测微光度计测量谱线黑度,分析线的选择见表 A.2。

表 A.2 分析线

测定元素	分析线/nm	内标线	测量范围/ng
Pt	265.95	b	1~30
	265.95	a	30~300
	270.24	a	100~1 000
Pd	340.46	b	1~10
	324.27	a	10~100
	311.40	a	100~1 000
Au	267.60	b	1~10
	267.60	a	1~100
	274.83	a	100~1 000

注：a——绝对黑度法；b——紧靠分析线短波一侧背景最浅处。

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 6 部分。

本部分代替 GB/T 17418.6—1998《地球化学样品中贵金属分析方法 火试金富集-发射光谱法测定铂钯金》。

本部分与 GB/T 17418.6—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公式；
- 修改了配料比例表示方式；
- 改变了部分试剂顺序和硫化物烘样条件。

本部分的附录 A 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、陆丁荣。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 17418.6—1998。

地球化学样品中贵金属分析方法

第 6 部分:铂量、钯量和金量的测定

火试金富集-发射光谱法

酸性岩:17 g 碳酸钠(4.1),4 g 硼砂(4.2),12 g 碱式碳酸铅(4.15),1.4 g 面粉(4.11);
基性和超基性岩:11 g 碳酸钠(4.1),9 g 硼砂(4.2),12 g 碱式碳酸铅(4.15),1.4 g 面粉(4.11);
碳酸盐:11 g 碳酸钠(4.1),9 g 硼砂(4.2),12 g 碱式碳酸铅(4.15),1.4 g 面粉(4.11),3 g 石英粉(4.13)。

注:若用硼砂($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)配料,则酸性试样 5.3 g;中性试样和碱性试样各加 11.8 g。

根据试样酸碱特性,选择相应的配料,将试料和配料摇匀后,倒入高铝坩埚(5.1)中,然后挖一小坑,加入 0.1 mL 硝酸银溶液(4.16)。

7.4.2 熔融

将坩埚置于已升温至 950 °C 的高温炉中,关闭炉门升温至约 7 min 时,反应剧烈,应微启炉门,以避免溢出,关闭炉门继续升温至 950 °C 并保持 5 min。取出坩埚,将熔融体倒入铁模中。冷却后取出铅扣,砸去熔渣。铅扣质量 7 g~9 g。

警告——氧化铅(铋)蒸气有毒,火试金法熔融和灰吹的高温炉应置于抽风效率高的通风橱中进行。为了保护环境,需对排出的铅(铋)或氧化铅(铋)有毒气体进行处理,并达到国家规定的排放标准。

7.4.3 灰吹

将铅扣(7.4.2)放入已在 920 °C 高温炉内预热 20 min 的镁砂灰皿(5.2)中,关闭炉门,升温。待熔铅脱模后,半启炉门,并控制温度在 900 °C 灰吹至铅全部吹尽。取出灰皿。

7.4.4 洗净合粒

从灰皿(7.4.3)中取出银合粒,放入 10 mL 瓷坩埚中,加入 0.5 mL 乙酸(4.3),放在已预热的电热板上微热至银合粒上的沾附物溶脱。取出银合粒,在水中漂洗一次,放在滤纸上吸干。

7.4.5 工作曲线的配制

将铂、钯和金标准系列合粒(4.10)分别放入下电极(5.4)中。

7.4.6 光谱测定

先将合粒装入下电极(5.4)中,然后用石墨粉(4.12),充填电极孔,压紧,进行光谱测定。交流电弧激发(仪器工作参考条件参见附录 A.1)。采用天津产 I 型光谱相板,AB 显影液,25 °C 显影 4 min,定影至透明。

注 1:装上电极压紧刮平,否则一受热 SrCO_3 -石墨粉就可能脱出,影响摄谱重复性。

注 2:将下电极的头部烧光,各实验室的条件不尽相同,可以预先试验(空下电极装石墨粉,上电极装 SrCO_3 -石墨粉)确定弧烧时间。

用测微光度计测量分析线的黑度,以绝对黑度法测定;或兼测分析线背景的黑度,以背景内标法测定。分析线、测量背景黑度的位置以及所用测定方法的具体规定参见附录 A.2。

同时进行标准系列的测量。分别以黑度 P 或黑度差 ΔP 为纵坐标,以金属量的对数($\lg C$)为横坐标,绘制铂、钯和金的工作曲线。从工作曲线查得相应的铂、钯和金的含量。

8 结果计算

按式(3)计算铂、钯和金的含量,以质量分数纳克每克(ng/g)表示:

$$w(\text{Pt, Pd, Au}) = \frac{m_s}{m} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_s ——从工作曲线上查得试料中铂、钯或金的量,单位为纳克(ng);

m ——试料量,单位为克(g)。

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

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铂、钯和金的测定方法。

本部分适用于含铂族元素的岩石中铂、钯和金的测定,也适用于水系沉积物等地球化学样品的测定。不适用于铬铁矿矿石中铂、钯和金的测定。测定范围,以质量分数表示:铂 0.2 ng/g ~100 ng/g ,钯 1 ng/g ~100 ng/g ,金 0.1 ng/g ~100 ng/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

试料与火试金熔剂混合,加入 1 mg 银,在 950 °C 熔融得到含贵金属的铅扣。铅扣与熔渣分离后在 900 °C 灰吹得含铂、钯和金的银合粒。钯银合粒装入电极,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 乙酸(36+64)。
- 4.4 二苯基硫脲。
- 4.5 硝酸(ρ 1.42 g/mL ,优级纯)。
- 4.6 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 4.7 铋粉(优级纯)。
- 4.8 碳酸铈。
- 4.9 氧化铅(工业级)。
- 4.10 活性炭(粒度为 0.074 mm)。
- 4.11 面粉(市售一般面粉)。
- 4.12 石墨粉(光谱纯,0.074 mm)。
- 4.13 石英粉(粒度为 0.074 mm),经过王水处理除去贵金属后烘干。
- 4.14 银粉(优级纯)。
- 4.15 碱式碳酸铅 $2\text{PbCO}_3 \cdot \text{Pb}(\text{OH})_2$,粉状。