



中华人民共和国国家标准

GB/T 14506.17—2010
代替 GB/T 14506.17—1993

硅酸盐岩石化学分析方法 第 17 部分：锶量测定

Methods for chemical analysis of silicate rocks—
Part 17: Determination of strontium content

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 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：铂量测定；
- 第 27 部分：铟量测定；
- 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 17 部分。

本部分代替 GB/T 14506.17—1993《硅酸盐岩石化学分析方法 火焰原子吸收分光光度法测定铯量》。

本部分与 GB/T 14506.17—1993 相比主要变化如下：

- 增加了每个标准开头警告的内容；
- 增加了警示、警告内容。

本部分由中华人民共和国国土资源部提出。

GB/T 14506.17—2010

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：黑龙江省地质矿产测试应用研究所。

本部分主要起草人：葛艳梅、潘河、刘代敏。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 14506.17—1993。

硅酸盐岩石化学分析方法

第 17 部分: 铈量测定

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铈量的测定方法。

本部分适用于硅酸盐岩石中铈量的测定,也适用于土壤和水系沉积物中铈量的测定。

测定范围:10 $\mu\text{g/g}$ ~1 000 $\mu\text{g/g}$ 的铈量。

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。凡是注明日期的引用文件,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。凡是不注明日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

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

试料用氢氧化钠、碳酸钠熔融分解,滤出碳酸铈沉淀,制成 2%硝酸溶液,以镧为释放剂,在原子吸收分光光度计上,于波长 460.7 nm 处,在富燃的空气-乙炔火焰中测量铈的吸光度,计算铈量。

4 试剂

本部分除非另有说明,在分析中均使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 的分析实验室用水。

4.1 氢氧化钠(颗粒状固体)。

4.2 无水碳酸钠(粉状固体)。

4.3 碳酸钠溶液(20 g/L)。

4.4 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

4.5 盐酸(1+4)。

4.6 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

4.7 硝酸镧溶液:称取 31.2 g 硝酸镧[$\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$]溶解于水中。此溶液 1 mL 含 100.0 μg 镧。

4.8 EDTA(乙二胺四乙酸二钠)溶液(10%)。

4.9 铈标准溶液

a) 铈标准储备溶液(1.00 mg/mL):准确称取 0.842 4 g 预先经 110 $^{\circ}\text{C}$ 烘 2 h 并在干燥器中冷却的光谱纯碳酸铈(SrCO_3)于 400 mL 烧杯中,加水 100 mL,加盖表面皿,慢慢加入少量盐酸(4.4)使其溶解,溶解完全后,煮沸除去二氧化碳,冷却后移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀;

b) 铈标准工作溶液(100.0 $\mu\text{g/mL}$):分取 25.0 mL 铈标准溶液[4.9a)]于 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5 仪器

- 5.1 原子吸收分光光度计,配有镱空心阴极灯。
- 5.2 天平;三级,感量 0.1 mg。

6 试样

- 6.1 试样粒径应小于 74 μm 。
- 6.2 试样应在 105 $^{\circ}\text{C}$ 预干燥 2 h~4 h,置于干燥器中,冷却至室温。
- 6.3 对易吸水的岩石,应取空气干燥试样。在称样的同时按 GB/T 14506.1 进行吸附水量的测定,最终以干态计算结果。

7 分析步骤

7.1 测定数量

同一试样,一般应进行双份测定,或按一定比例进行双份测定。

7.2 试料量

称取 0.5 g 试料,精确至 0.1 mg。

7.3 空白试验

随同试料进行两份空白试验,所用试剂应取自同一试剂瓶,加入同等的量。

7.4 验证试验

随同试料分析同类型的标准物质。

7.5 测定

7.5.1 试料的分解

将试料(7.2)置于镍坩锅中,加入 4 g 氢氧化钠(4.1)与 1 g 无水碳酸钠(4.2),盖上坩锅盖,放入马弗炉中,升温至 700 $^{\circ}\text{C}$,熔融 20 min,取出冷却。

7.5.2 碳酸镱沉淀的分离

将坩锅连同盖子放入 150 mL 烧杯中,加 50 mL 水,加热提取熔块,洗出坩锅与坩锅盖,稀释体积至约 80 mL,用慢速滤纸过滤。用碳酸钠溶液(4.3)洗烧杯和沉淀各 4 次~5 次,水洗 1 次,弃去滤液与洗液。用盐酸(4.5)将沉淀溶解于原烧杯中,用水洗滤纸至无色。

7.5.3 试料溶液的制备

将溶液(7.5.2)加热蒸干,加 1 mL 硝酸(4.6),温热溶解盐类,用水稀释至约 20 mL,加入 5 mL 硝酸镱溶液(4.7)和 1 mL EDTA 溶液(4.8),移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。与校准溶液系列同时测量。

注 1: EDTA 在酸性溶液中,放置 2 d~3 d 后,可能有结晶析出,并不影响测定。但最好在加入 EDTA 的当天完成测定。

注 2: 如果含量超过校准曲线,可吸取部分溶液至另一容量瓶中,补加适量硝酸(4.6)、硝酸镱溶液(4.7)和 EDTA 溶液(4.8),用水稀释至刻度,摇匀,继续测量。也可用空白试验溶液(7.3)稀释后测量。

7.5.4 校准溶液系列的配制

取 0 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 镱标准溶液[4.9b)]于一系列 50 mL 容量瓶中,加入 1 mL 硝酸(4.6)、5 mL 硝酸镱溶液(4.7)和 1 mL EDTA 溶液(4.8),用水稀释至刻度,摇匀。

7.6 吸光度测量

警告——应按照原子吸收分光光度计仪器使用规程点燃和熄灭空气-乙炔燃烧器,以避免可能的爆炸危险。

在原子吸收分光光度计上,调节波长为 460.7 nm,光谱带宽为 1.4 nm,以富燃的空气-乙炔火焰,用水调零,测量锶的吸光度。先用校准溶液系列中浓度最大的喷测,并调节燃烧器的位置与高度,使测得的吸光度为最大。然后按浓度由低至高的顺序,依次喷测锶校准溶液系列、空白溶液和待测试料溶液(包括标准物质溶液)的吸光度。

7.7 校准曲线绘制

以锶校准溶液系列的浓度为横坐标,净吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。从校准曲线上分别查得相应的锶量。

8 结果计算

计算结果以质量分数 $w(\text{Sr})$ 计,数值以 $\mu\text{g/g}$ 表示,按下式计算锶量。

$$w(\text{Sr}) = \frac{(\rho - \rho_0)V}{m}$$

式中:

ρ ——从校准曲线上查得的试料溶液中锶的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_0 ——从校准曲线上查得的试料空白溶液中锶的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——试料溶液体积,单位为毫升(mL);

m ——试料量,单位为克(g)。

分析结果表示至小数点后第一位。

9 精密度

硅酸盐岩石中锶量测定结果的精密度见表 1。

表 1 精密度

单位为微克每克

成分	水平范围 m	重复性限 r	再现性限 R
Sr	57.1~1 090	$r=7.821+0.0848m$	$R=23.436+0.223m$
注:本精密度数据是由 6 个实验室对 10 个水平的试料进行实验确定的。			