

解决方案 | 火焰原子吸收法测定贵金属矿物料中的 Au、Ag、Pt、Pd、Ru、Rh、Ir、Fe 元素

贵金属矿产指金(Au)、银(Ag)和铂族金属(即钌(Ru)、铑(Rh)、钯(Pd)、锇(Os)、铱(Ir)、铂(Pt))等金属矿产。这些金属矿产在地壳中的数量很少,而且大多数拥有美丽的色泽,具有较强的化学稳定性,一般条件下不易与其它化学物质发生化学反应,广泛地应用于电子、宇航、原子能、电工材料、仪器仪表、感光材料等领域。

贵金属的检测方法一般为光度法、电化学法、ICP 法等。由于贵金属的溶解困难,在贵金属的分析中,样品制备显得尤为重要。本文利用微波消解法对贵金属进行了提取,并利用火焰原子吸收法对贵金属矿物料中的 Au、Ag、Pt、Pd、Ru、Rh、Ir、Fe 元素进行了测定。结果显示,此方法操作相对简单,结果相对准确,可相关人员参考。

实验部分

仪器

AA-7050 原子吸收分光光度计

实验条件

元素	波长 (nm)	灯电流 (mA)	狭缝 (nm)	负高压 (V)	燃烧头高度 (mm)	火焰类型	乙炔压力 (MPa)	乙炔流量 (L/min)	助燃气压力 (MPa)	助燃气流量 (L/min)	背景 扣除
Au	242.80	3.00	0.2	254.20	8.0	空气-乙炔	0.10	1.30	0.20	5.00	关
Ag	328.10	3.00	0.2	158.94	8.0	空气-乙炔	0.10	1.30	0.20	5.00	关
Pt	266.00	3.00	0.2	249.60	8.0	空气-乙炔	0.10	1.30	0.20	5.00	关
Pd	244.80	2.00	0.2	327.28	8.0	空气-乙炔	0.10	1.50	0.20	5.00	关
Ru	349.90	3.00	0.2	220.74	8.0	空气-乙炔	0.10	1.50	0.20	5.00	关
Rh	343.50	3.00	0.2	246.61	8.0	空气-乙炔	0.10	1.30	0.20	5.00	关
Ir	264.00	4.00	0.2	276.13	8.0	空气-乙炔	0.10	1.30	0.20	5.00	关
Fe	248.30	3.00	0.2	290.04	8.0	空气-乙炔	0.10	1.30	0.20	5.00	关

样品处理

称取矿物料粉 0.2 g 加入 15 ml 王水，待激烈反应后，放入微波消解仪中，设置程序升温（见表 1）进行消解。

消解完成后的样品于 150℃ 赶酸，待样液至近干，取下冷却，补加 1mL 硝酸，用蒸馏水定容至 25ml。摇匀待测。其中测定铁元素时需稀释。

表 1 微波消解程序

	升温时间	目标温度℃	保持时间	设定功率 W
1	10	120	10	800
2	10	160	10	800
3	10	180	30	800

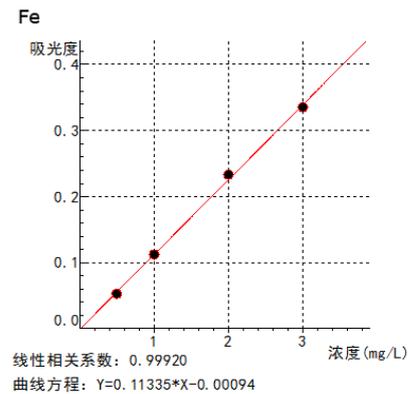
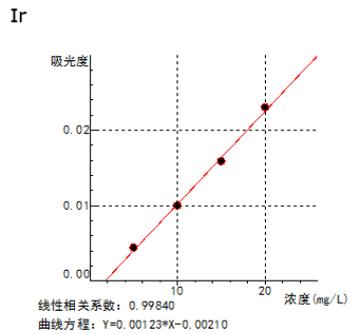
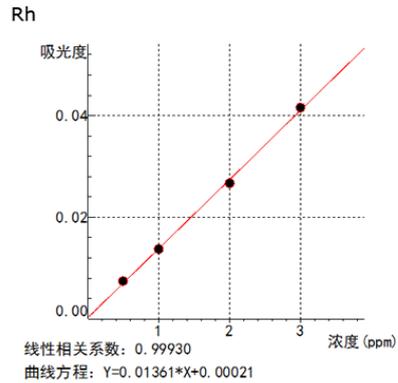
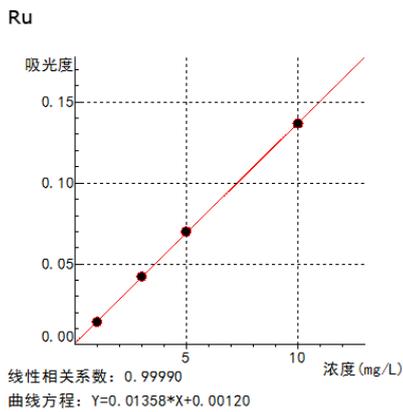
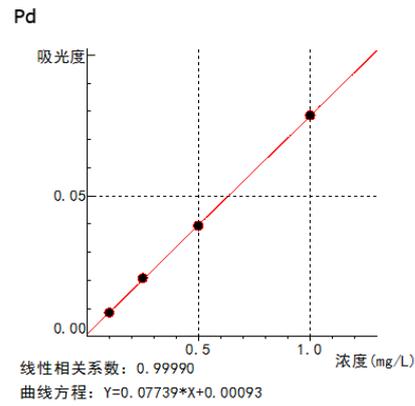
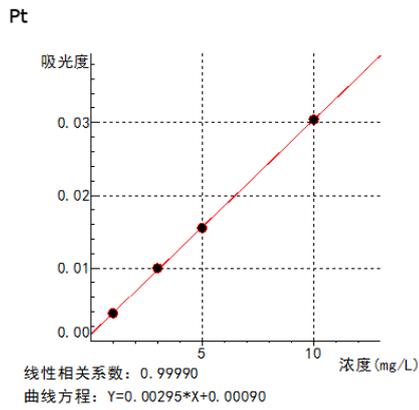
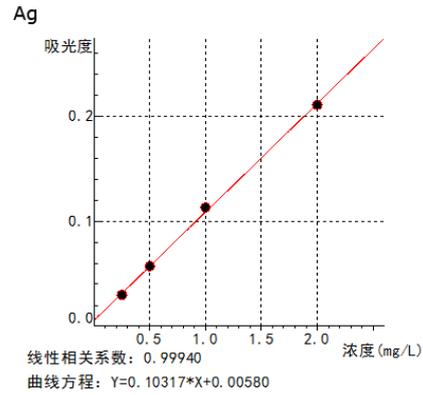
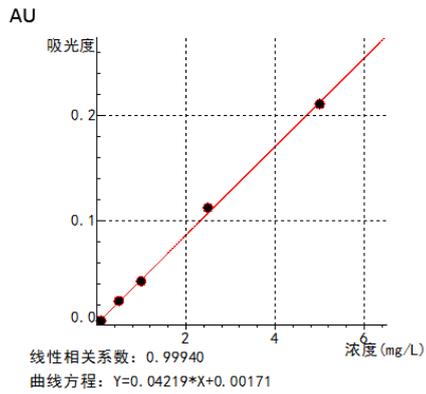
实验结果

样品检测结果

单位：%

元 素 \ 样 品	青料 I	福建褐色 II	云南料 III	褐色料 IV
Au	0.0018	0.0045	0.0035	0.0044
Ag	未检出	未检出	0.0016	0.0023
Pt	0.0253	0.0315	0.0388	0.0317
Pd	0.0010	0.0020	0.0019	0.0020
Ru	0.0032	0.0040	0.0039	0.0026
Rh	0.0049	0.0066	0.0054	0.0084
Ir	0.0931	0.1124	0.1300	0.1077
Fe	5.0892	40.3013	24.3334	47.1621

标准曲线



实验总结

一般铂族金属对酸的化学稳定性比所有其它金属都高，其中钌和铑、铱等对酸的化学稳定性特别高，不仅不溶于普通酸，甚至也不溶于王水，钯和铂能溶于王水。钯可溶于浓硝酸和热硫酸。金一般只溶于王水。银是贵金属中最活泼的，能溶于硝酸和热的浓硫酸，但因为生成氯化银沉淀而使测定结果偏低。本文利用微波消解法对上述元素进行了提取，火焰原子吸收法进行测试，结果表明，实验方法能够满足分析要求。