

解决方案|ICP 法测定炉渣中铂族金属铂、钯、钌、铑、铱含量

铂、钯、钌、铑、铱等元素属于铂族元素，该类元素在地壳中的含量约为一亿分之一，属于稀有贵金属元素，具有很高的经济价值，其在航天、航空、航海、武器和核能等高科技领域及汽车制造业等是不可缺少的关键材料，素有“工业维生素”之称。

贵金属元素的检测分析一般常用的有原子吸收光谱法（AAS）、电感耦合等离子体原子发射光谱法（ICP）、电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）。本文参考 DZ/T0279.2-2016《区域地球化学样品分析方法 第 2 部分：氯化钙等 27 个成分测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》及 DZG93-01-02.01.06《岩石和矿石分析规程金属矿石分析》，建立利用 ICP 法测定炉渣中铂、钯、钌、铑、铱等铂族金属含量的方法，供相关人员参考。

实验部分

ICP-7760HP 型全谱直读电感耦合等离子体发射光谱仪；

硝酸；

盐酸；

氢氟酸；

高氯酸；

铂、钯、钌、铑、铱标准物质。

实验条件

元素	波长 (nm)	RF 功率 (w)	载气流量 (L/min)	辅气流量 (L/min)	等离子气 (L/min)	PMT 电压 (V)
Ir	236.8040	1000	0.8	0.00	13.4	200
Pd	351.6940					
Rh	369.2360					
Ru	349.8940					
Pt	214.4230					

样品前处理

称取样品 0.5g (精确至 0.0001), 置于聚四氟乙烯烧杯中, 加少量水润湿, 依次加入 2mL 王水, 2mL 氢氟酸, 2mL 高氯酸, 盖盖。将盖好盖的聚四氟乙烯烧杯放在电热板上加热, 温度控制在 220℃左右, 加热至溶液冒白烟, 看不到黑色的渣子时, 取下冷却。将电热板温度调至 170℃, 开盖, 补加 2mL 氢氟酸, 继续放置在电热板上加热, 期间不时摇动烧杯, (如有白色沉淀可再补加氢氟酸), 至溶液流动性差, 取下冷却。加入 2mL 王水, 加热将盐复溶, 定容至 25mL, 摇匀, 过滤 (因有极少量的黑色沉淀), 待测。

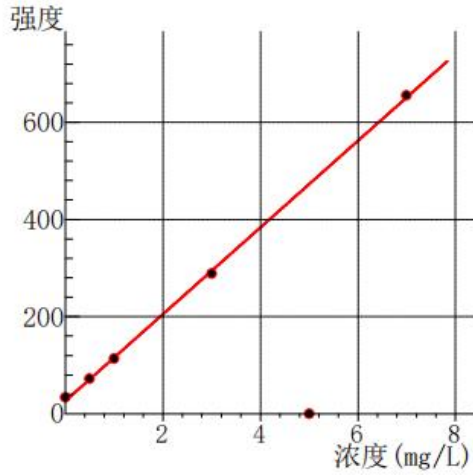
实验结果

标准曲线

配制浓度分别为 0.0000、0.5000、1.0000、3.0000、5.0000、7.0000 mg/L

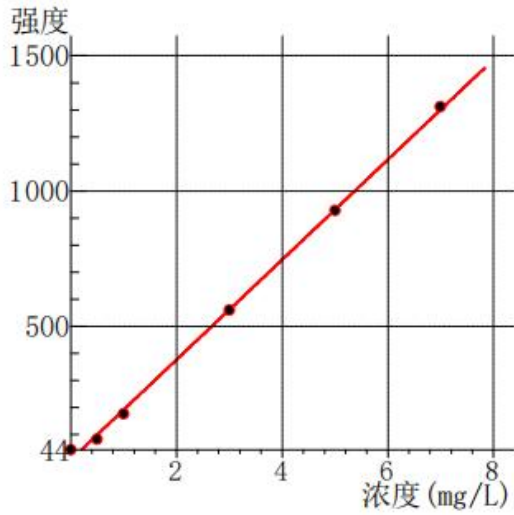
五种铂族元素的标准溶液，依次按照实验条件上机测试，绘制标准曲线。

Ir元素-236.8040



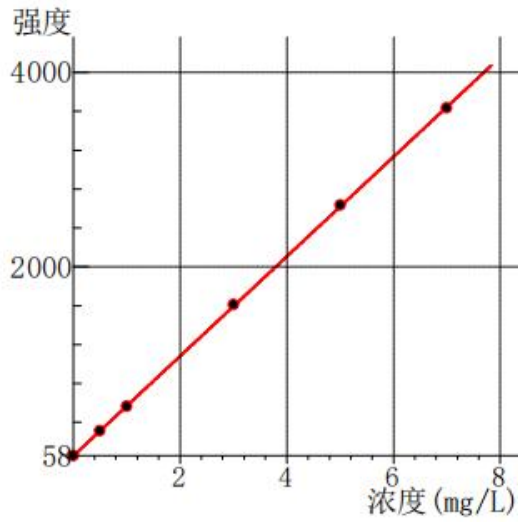
线性相关系数: 0.999794
一次曲线: $y=89.3076x+27.1841$

Pd元素-351.6940



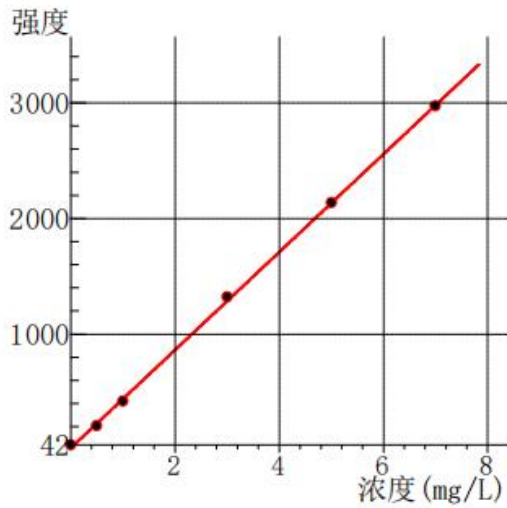
线性相关系数: 0.999241
一次曲线: $y=184.8655x+8.5852$

Rh元素-369.2360



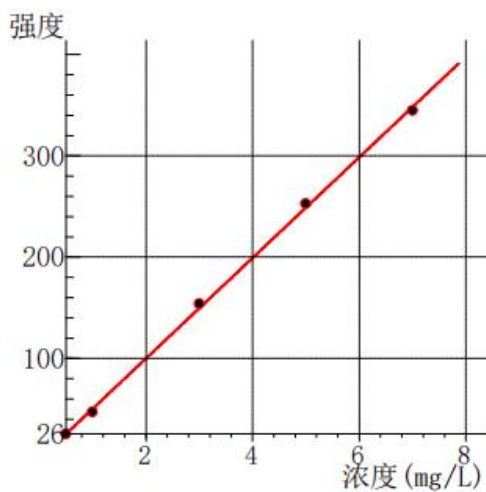
线性相关系数: 0.999971
一次曲线: $y=512.8895x+59.3072$

Ru元素-349.8940



线性相关系数: 0.999806
一次曲线: $y=423.3111x+19.6862$

Pt元素-214.4230



线性相关系数: 0.999628
一次曲线: $y=49.6302x+1.1494$

样品测试

将处理好的样品按照实验条件取适量上机检测，检测结果如下：

单位：mg/kg (ppm)

元素	含量
Ir	未检出
Pd	
Rh	
Ru	
Pt	

实验总结

本文参考 DZ/T0279.2-2016《区域地球化学样品分析方法 第 2 部分：氯化钙等 27 个成分测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》、DZG93-01-02.01.06《岩石和矿石分析规程金属矿石分析》，研究了用四酸处理样品和 ICP 的分析条件，建立了 ICP 法测定炉渣中铂、钯、钌、铑、铱元素含量的方法。本法具有操作简便、线性范围宽、准确度好、多元素同时测定等优点，可用于炉渣及其它地矿中稀有金属元素的测定。