铱化学分析方法

铂、钯、铑、钌、金、银、铜、铁、镍、

铝、铅、锰、镁、锡、锌量的测定

电感耦合等离子体发射光谱法

实验报告

铱化学分析方法

铂、钯、铑、钌、金、银、铜、铁、镍、

铝、铅、锰、镁、锡、锌量的测定

电感耦合等离子体发射光谱法

任传婷、方卫、徐光、甘建壮、马媛、李光俐、王应进、朱武勋、汪原伊

（贵研铂业股份有限公司稀贵金属综合利用新技术国家重点实验室，

贵研检测科技（云南）有限公司，昆明 650106）

前言

铱由于其高熔点、高稳定性使其在很多特殊场合具有重要用途，特别是可以用于合金中增强硬度。铱的最早应用是作笔尖材料，电触头等方面的用途。铱坩埚可用于生长难熔氧化物晶体，该坩埚能在2100～2200℃工作几千小时，是重要的贵金属器皿材料。铱的高温抗氧化性和热电性能使铱/铱铑热电偶成为惟一能在大气中测量达2100℃高温的贵金属测温材料。目前，铱在航空航天的抗高温氧化涂层材料的制备方面得到了广泛的应用。铱中杂质元素的含量影响和制约产品使用性能和加工工艺，需要加以控制。60年代以来，纯铱中杂质的测定均采用固体进样的直流电弧发射光谱法[1,2]。但由于铱基体难于获得、粉末标准配制困难、设备老化、测定耗时和偏差大等因素，该方法已不适用于当前的需求。目前可以选择替代的合适的手段有溶液进样的ICP-AES、ICP-MS以及固体分析的GD-MS。前两者测定方便快捷、设备普及率高，但需将铱粉溶解成溶液。后者虽然是铱粉直接检测，不需溶解，方便快捷。但设备普及率低，跟直流电弧发射光谱法一样还需配备粉末标准样品。因此，采用ICP-AES是目前最佳选择。三氯化铱产品标准[3]附录中已采用了ICP-AES测定铱化合物中部分元素。并且已有有关用ICP-AES法测定铱化合物中的杂质元素[4]的报道。铱粉由于它的难溶性需很好的解决溶样问题。如今通过高温高压消解仪的引进，解决了铱粉溶解问题。使ICP-AES法测定铱的方法得以建立，能满足铱粉产品测定要求。只是由于目前对于高温高压下溶解铱的容器器皿材质方面的局限性，在溶解过程中会引入硅，导致硅元素无法与其它杂质元素进行同时测定，Si元素需要另建方法。

本文采用盐酸和氯酸钾高温高压消解试样，ICP-AES同时测定纯铱中杂质元素，建立了纯铱中铂、钯、铑、钌、金、银、铜、铁、镍、铝、铅、锰、镁、锡、锌等杂质元素的测定方法。分析速度快，结果准确。15个杂质元素测定范围0.001～0.1%；方法加标回收率89.2%～117.1%；精密度0.81%～6.87%。

1实验部分

1.1 仪器及工作条件

5300DV型电感耦合等离子体原子发射光谱仪（美国PE公司）：中阶梯光栅+石英棱镜二维分光，200 nm处分辨率：0.005 nm。每6分钟测定一次，仪器一小时十次测定的长短程稳定性（RSD）小于1.0％。

仪器测定条件（推荐）如下：测定条件为，分析功率1.2 KW；冷却气流量15 L/min；雾化气流量0.8 L/min；载气流量0.2 L/min；进样泵速1.5mL/min；观测高度为线圈上方15 mm；积分时间5 s。

HPA-S型高温高压消解仪（奥地利安东帕）：工作压力103bar，最高工作温度320℃。

1.2试剂

除非另有说明，本部分中使用确认为优级纯的试剂和一级水或相当纯度的水。标准溶液、试剂溶液贮存于塑料瓶中。

1.2.1硝酸（ρ1.42 g/mL）。

1.2.2 盐酸（ρ1.19 g/ mL）。

1.2.3 过氧化氢（30%，v/v）。

1.2.4 王水，现用现配。

1.2.5 氯酸钾。

1.2.6 盐酸（1+4）。

1.2.7银标准贮存溶液：称取0.100 0g金属银（质量分数≥99.99%），置于100mL聚四氟乙烯烧杯中，加入2mL硝酸（1.4.1），低温加热溶解完全，移入100mL容量瓶中，加入10mL硝酸（1.4.1），用水稀释至刻度。混匀。此溶液1mL含1.0mg 银。

1.2.8钯标准贮存溶液：称取0.100 0g金属钯（质量分数≥99.99%），置于100mL聚四氟乙烯烧杯中，加入3mL盐酸（1.4.2），1mL硝酸（1.4.1），低温加热溶解完全，移入100mL容量瓶中，加入10mL盐酸（1.4.2），用水稀释至刻度。混匀。此溶液1mL含1.0mg 钯。

1.2.9铂标准贮存溶液：称取0.1000g金属铂（质量分数≥99.99%），置于200mL烧杯中，加入5mL王水（1.4.4），加热至完全溶解，蒸发至尽干，取下稍冷，加入10mL盐酸（3.2），煮沸驱除氮的氧化物，取下冷却，移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1.0mg铂。

1.2.10铑标准贮存溶液：称取0.100 0 g铑粉（质量分数≥99.99%），置于50mL玻璃管中，加入8 mL盐酸（1.4.2），2mL过氧化氢（1.4.3），封管。在150℃下溶解48h，冷却、开管。将管内试液洗入100mL容量瓶中，加入10mL盐酸（1.4.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1.0 mg铑。

1.2.11钌标准贮存溶液：称取0.1000 g钌粉（质量分数≥99.99%），置于硬质玻璃管中，加入8 mL盐酸（1.4.2），2 mL过氧化氢（1.4.3），封管后放于特制的钢弹中，在250℃溶解24 h。开管后，将管内试液转入100 mL容量瓶中，加入10mL盐酸（1.4.2），用水稀释至刻度。混匀。此溶液1mL含1.0mg钌。

1.2.12金标准贮存溶液：称取0.100 0g金属金（质量分数≥99.99%）,置于100mL聚四氟乙烯烧杯中，加入3mL盐酸（1.4.2），1mL硝酸（1.4.1），低温加热溶解完全，移入100mL容量瓶中，加入10mL盐酸（1.4.2），用水稀释至刻度。混匀。此溶液1mL含1.0mg 金。

1.2.13镁标准贮存溶液：称取0.100 0g金属镁（质量分数≥99.99%）,置于100mL聚四氟乙烯烧杯中，加入3mL盐酸（1.4.2），低温加热溶解完全，移入100mL容量瓶中，加入10mL盐酸（1.4.2），用水稀释至刻度。混匀。此溶液1mL含1.0mg 镁。

1.2.14铝标准贮存溶液：称取0.100 0g金属铝（质量分数≥99.99%），置于100mL聚四氟乙烯烧杯中，加入3mL盐酸（1.4.2），低温加热溶解完全，移入100mL容量瓶中，加入10mL盐酸（1.4.2），用水稀释至刻度。混匀。此溶液1mL含1.0mg 铝。

1.2.15锰标准贮存溶液：称取0.100 0g金属锰（质量分数≥99.99%）,置于100mL聚四氟乙烯烧杯中，加入2mL硝酸（1.4.1），低温加热溶解完全，移入100mL容量瓶中，加入10mL盐酸（1.4.2），用水稀释至刻度。混匀。此溶液1mL含1.0mg 锰。

1.2.16铁标准贮存溶液：称取0.100 0g金属铁粉（质量分数≥99.99%）,置于100mL聚四氟乙烯烧杯中，加入3mL盐酸（1.4.2），低温加热溶解完全，移入100mL容量瓶中，加入10mL盐酸（1.4.2），用水稀释至刻度。混匀。此溶液1mL含1.0mg 铁。

1.2.17镍标准贮存溶液：称取0.100 0g金属镍（质量分数≥99.99%）,置于100mL聚四氟乙烯烧杯中，加入3mL盐酸（1.4.2），1mL硝酸（1.4.1），低温加热溶解完全，移入100mL容量瓶中，加入10mL盐酸（1.4.2），用水稀释至刻度。混匀。此溶液1mL含1.0mg 镍。

1.2.18铜标准贮存溶液：称取0.100 0g金属铜（质量分数≥99.99%），置于100mL聚四氟乙烯烧杯中，加入2mL硝酸（1.4.1），低温加热溶解完全，移入100mL容量瓶中，加入10mL盐酸（1.4.2），用水稀释至刻度。混匀。此溶液1mL含1.0mg 铜。

1.2.19锌标准贮存溶液：称取0.100 0g金属锌（质量分数≥99.99%）,置于100mL聚四氟乙烯烧杯中，加入3mL盐酸（1.4.2），低温加热溶解完全，移入100mL容量瓶中，加入10mL盐酸（1.4.2），用水稀释至刻度。混匀。此溶液1mL含1.0mg 锌。

1.2.20铅标准贮存溶液：称取0.100 0g金属铅（质量分数≥99.99%）,置于100mL聚四氟乙烯烧杯中，加入3mL硝酸（1.4.1），低温加热溶解完全，移入100mL容量瓶中，加入10mL盐酸（1.4.2），用水稀释至刻度。混匀。此溶液1mL含1.0mg 铅。

1.2.21锡标准贮存溶液：称取0.100 0g金属锡（质量分数≥99.99%）,置于100mL聚四氟乙烯烧杯中，加入3mL盐酸（1.4.2），1mL硝酸（1.4.1），低温加热溶解完全，移入100mL容量瓶中，加入10mL盐酸（1.4.2），用水稀释至刻度。混匀。此溶液1mL含1.0mg 锡。

1.2.22混合标准溶液：分别移取5.00mL标准贮存溶液（1.4.7～1.4.21），置于100mL容量瓶中，用盐酸（1.4.7）稀释至刻度。混匀。此溶液1mL含50µg银、钯、铂、铑、钌、金、镁、铝、锰、铁、镍、铜、锌、铅、锡。

1.3实验方法

称取0.10 g （精确至0.0001g）置于50mL高温高压消解管中，加入10mL盐酸，700mg氯酸钾，程序升温至试料完全溶解。冷却转出至100mL烧杯中低温蒸发至小体积，冷却，用盐酸（1.2.7）转移并定容至10mL容量瓶中。混匀。待测。同时做空白试验。

1.4工作曲线溶液的配制

分别移取0.00mL、0.20mL、1.00mL、2.00mL、10.00mL、20.00mL混合标准溶液（1.2.22）于系列100mL容量瓶中，用盐酸（1.2.7）稀释至刻度，混匀。此系列标准溶液1mL含银、钯、铂、铑、钌、金、镁、铝、锰、铁、镍、铜、锌、铅、锡为0.00µg、0.10µg、0.50µg、1.00µg、5.00µg、10.00µg。

2 结果与讨论

2.1 仪器测定条件选择

仪器的功率、雾化气及载气流速、进样泵速及观测高度等都会对测定的灵敏度、稳定性带来影响。我们选取了以上不同组合的条件进行实验，考察标准溶液在各待测元素处的测定强度值。结果表明，当仪器的功率为1.2 KW、冷却气15L/min、雾化气0.8L/min、载气0.2L/min、进样泵速1.5mL/min及观测高度为15mm时，各待测元素的测定强度值较大。因此，以上参数作为我们选择的仪器条件。

2.2待测元素谱线的选择

在厂家推荐的仪器工作条件下，每个待测元素选择3～4条谱线，建立ICP-AES测定方法。对混合待测元素级差溶液进行测定，制作工作曲线，再测定Std-2#标准溶液。根据每一条谱线测得的强度值、波峰形状和基线情况，选择强度适中、波峰尖锐、基线平滑、无干扰峰或干扰峰较小的谱线作为测定谱线，同时查看每一条谱线的线性系数和测定结果，选择线性系数大于0.9999且测定结果与加入值相符的谱线。

2.3铱基体对测定元素的干扰及消除

取不同浓度Ir基体溶液，加入一定量的待测定杂质元素，用ICP-AES测定其在各杂质元素测定波长处的浓度值，以评估铱对杂质元素测定干扰情况。结果见表1。

表1铱基体干扰情况

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 测定值/µg/mL | 加入值µg/mL | 备注 |
| Ir干扰-kb | Ir干扰-1 | Ir干扰-2 | Ir干扰-3 | Ir干扰-4 | Ir干扰-4误差，% |
| Ir浓度mg/mL | 0.00 | 1.00 | 2.50 | 5.00 | 10.00 |
| Pt 299 | 1.02 | 0.98 | 1.00 | 1.01 | 1.03 | 3.13 | 1.00 | Ir对Pt299基本无干扰 |
| Pt 265 | 1.02 | 0.92 | 0.85 | 0.72 | 0.58 | -41.78 | 1.00 | Ir对Pt265有严重干扰 |
| Pd 340 | 0.98 | 0.96 | 0.97 | 0.95 | 0.95 | -5.48 | 1.00 | Ir对Pd340基本无干扰 |
| Pd 324 | 0.99 | 1.07 | 1.21 | 1.40 | 1.65 | 64.80 | 1.00 | Ir对Pd324有严重干扰 |
| Rh 346 | 0.99 | 0.94 | 0.97 | 0.96 | 1.01 | 0.97 | 1.00 | Ir对Rh346基本无干扰 |
| Rh 343 | 0.97 | 1.05 | 1.21 | 1.41 | 1.67 | 66.70 | 1.00 | Ir对Rh343有严重干扰 |
| Ru 240 | 0.99 | 0.96 | 0.95 | 0.92 | 0.88 | -11.94 | 1.00 | Ir对Ru240有轻微干扰 |
| Ru 279 | 0.99 | 0.92 | 0.89 | 0.81 | 0.71 | -28.70 | 1.00 | Ir对Ru279有严重干扰 |
| Au 267 | 1.00 | 1.04 | 0.98 | 0.95 | 0.95 | -4.86 | 1.00 | Ir对Au267基本无干扰 |
| Au 242 | 1.01 | 0.81 | 0.54 | 0.57 | 0.62 | -37.70 | 1.00 | Ir对Au242有严重干扰 |
| Ag 338 | 0.97 | 0.93 | 0.93 | 0.88 | 0.85 | -15.33 | 1.00 | Ir对Ag338有轻微干扰 |
| Ag 328 | 0.97 | 0.95 | 0.96 | 0.92 | 0.90 | -10.00 | 1.00 | Ir对Ag328有轻微干扰 |
| Al 396 | 1.01 | 0.99 | 1.04 | 1.03 | 1.08 | 8.23 | 1.00 | Ir对Al396有轻微干扰 |
| Al 308 | 0.99 | 1.01 | 1.06 | 1.12 | 1.22 | 22.40 | 1.00 | Ir对Al308有严重干扰 |
| Cu 324 | 1.00 | 0.97 | 1.00 | 0.99 | 0.98 | -1.86 | 1.00 | Ir对Cu324基本无干扰 |
| Cu 327 | 1.00 | 0.96 | 0.96 | 0.93 | 0.90 | -10.40 | 1.00 | Ir对Cu327有轻微干扰 |
| Fe 259 | 1.02 | 1.00 | 1.01 | 0.98 | 0.99 | -0.89 | 1.00 | Ir对Fe259基本无干扰 |
| Fe 239 | 1.02 | 1.01 | 1.02 | 1.01 | 1.04 | 3.70 | 1.00 | Ir对Fe239基本无干扰 |
| Mg 280 | 1.03 | 1.00 | 1.04 | 1.03 | 1.07 | 6.51 | 1.00 | Ir对Mg280有轻微干扰 |
| Mg 285 | 1.01 | 0.94 | 0.94 | 0.90 | 0.87 | -13.00 | 1.00 | Ir对Mg285有轻微干扰 |
| Mn 259 | 1.02 | 0.99 | 1.00 | 0.97 | 0.96 | -3.78 | 1.00 | Ir对Mn259基本无干扰 |
| Mn 260 | 1.01 | 0.98 | 0.99 | 0.96 | 0.95 | -5.30 | 1.00 | Ir对Mn260基本无干扰 |
| Ni 341 | 0.98 | 0.93 | 0.94 | 0.91 | 0.87 | -12.66 | 1.00 | Ir对Ni341有轻微干扰 |
| Ni 231 | 1.01 | 0.95 | 0.92 | 0.87 | 0.83 | -16.90 | 1.00 | Ir对Ni231有严重干扰 |
| Pb 405 | 1.00 | 0.97 | 0.99 | 0.96 | 0.95 | -5.41 | 1.00 | Ir对Pb405基本无干扰 |
| Pb 217 | 1.03 | 12.84 | 29.47 | 52.73 | 83.83 | 8282.60 | 1.00 | Ir对Pb217有严重干扰 |
| Sn 283 | 0.95 | 1.00 | 1.12 | 1.23 | 1.42 | 42.3 | 1.00 | Ir对Sn283有严重干扰 |
| Sn 189 | 0.97 | 0.98 | 0.97 | 0.95 | 0.91 | -8.54 | 1.00 | Ir对Sn189有轻微干扰 |
| Zn 213 | 1.05 | 0.98 | 0.96 | 0.91 | 0.90 | -10.48 | 1.00 | Ir对Zn213有轻微干扰 |
| Zn 206 | 1.03 | 1.12 | 1.30 | 1.53 | 1.85 | 85.30 | 1.00 | Ir对Zn206有严重干扰 |

从上表中铱对杂质元素测定干扰情况选取测定波长及选择扣除合适的背景点，可以达到消除干扰的目的。综合标准曲线线性及干扰情况，杂质元素测定选取波长见表2。

表2各元素测定推荐波长

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 波长/nm | 元素 | 波长/nm |
| Pt | 299.797 | Fe | 259.939 |
| Pd | 340.458 | Mg | 280.271 |
| Rh | 346.204 | Mn | 259.372 |
| Ru | 240.272 | Ni | 341.604 |
| Au | 267.595 | Pb | 405.781 |
| Ag | 338.289 | Sn | 189.927 |
| Al | 396.153 | Zn | 213.857 |
| Cu | 324.752 | - | - |

2.4测定元素之间的相互影响

考察待测元素之间的影响时，用各待测元素介质为20%HCl，浓度各为5μg/mL的溶液，用ICP-AES测定其在各待测元素所选波长处的干扰质量浓度值，结果均小于0.1μg/mL，说明他们之间不存在相互干扰。

2.5检出限试验

在上述仪器条件下，将随同试料所做的空白溶液重复测定11次，以3倍标准偏差所对应浓度，表示各元素的检出限。结果见表3。

表3 铱中各杂质元素的检出限µg/mL

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 元素 | 标准偏差（n=11） | 检出限 |
| Pt | 0.00634 | 0.019 |
| Pd | 0.000632 | 0.0019 |
| Rh | 0.00787 | 0.024 |
| Ru | 0.00137 | 0.0041 |
| Au | 0.000711 | 0.0021 |
| Ag | 0.000317 | 0.00095 |
| Al | 0.00185 | 0.0056 |
| Cu | 0.000485 | 0.0015 |
| Fe | 0.00203 | 0.0061 |
| Mg | 0.000670 | 0.0020 |
| Mn | 0.0000677 | 0.00020 |
| Ni | 0.00127 | 0.0038 |
| Pb | 0.00286 | 0.0086 |
| Sn | 0.00619 | 0.019 |
| Zn | 0.000617 | 0.0019 |

 因此，本方法需选择各元素检出限优于上表中所列值的设备。

2.5 加标回收率

由于没有标准样品进行方法准确度确定，我们采取用合成样品的方式进行。

称取铱样品4份，每份0.1g，一份做空白，另外3份加入不同含量的杂质标准溶液，按实验方法处理后进行测定，结果见表4。从表4可以看出，样品的加标回收率在89.2%～117.1%之间，能够满足产品标准GB/T1422-2004铱粉[3]的要求。

表4 加标回收率

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 本底值µg/mL | 加入值µg/mL | 测定值µg/mL | 回收率% | 元素 | 加入值µg/mL | 本底值µg/mL | 测定值µg/mL | 回收率% |
| Pt299 | 0.4923 | 0.1 | 0.5969 | 104.60 | Fe259 | 0.2667 | 0.1 | 0.3585 | 91.80 |
| 1 | 1.5022 | 100.99 | 1 | 1.1828 | 91.61 |
| 10 | 10.8171 | 103.25 | 10 | 9.5107 | 92.44 |
| Pd340 | 0.1395 | 0.1 | 0.2336 | 94.10 | Mg280 | 0.3100 | 0.1 | 0.4036 | 93.60 |
| 1 | 1.0484 | 90.89 | 1 | 1.2228 | 91.28 |
| 10 | 9.3914 | 92.52 | 10 | 9.415 | 91.05 |
| Rh346 | 0.3265 | 0.1 | 0.4198 | 93.30 | Mn259 | -0.0168 | 0.1 | 0.0836 | 100.4 |
| 1 | 1.2735 | 94.70 | 1 | 0.8902 | 90.70 |
| 10 | 9.2428 | 89.16 | 10 | 9.2218 | 92.39 |
| Ru240 | -0.03728 | 0.1 | 0.05625 | 93.53 | Ni341 | -0.0366 | 0.1 | 0.0573 | 93.90 |
| 1 | 0.9612 | 99.85 | 1 | 0.8611 | 89.77 |
| 10 | 11.677 | 117.14 | 10 | 8.9054 | 89.42 |
| Au267 | 0.0894 | 0.1 | 0.1973 | 107.9 | Pb405 | -0.03166 | 0.1 | 0.07749 | 109.15 |
| 1 | 1.0120 | 92.26 | 1 | 1.0078 | 103.95 |
| 10 | 9.3666 | 92.77 | 10 | 9.7854 | 98.17 |
| Ag338 | 0.0142 | 0.1 | 0.0799 | 94.1 | Sn189 | 0.06349 | 0.1 | 0.1627 | 99.25 |
| 1 | 0.9854 | 99.96 | 1 | 1.0427 | 97.92 |
| 10 | 10.512 | 105.26 | 10 | 9.301 | 92.38 |
| Al396 | 0.2010 | 0.1 | 0.2951 | 94.1 | Zn213 | -0.00229 | 0.1 | 0.10456 | 106.85 |
| 1 | 1.0714 | 87.04 | 1 | 1.0221 | 102.44 |
| 10 | 9.350 | 91.49 | 10 | 9.031 | 90.34 |
| Cu324 | 0.0138 | 0.1 | 0.109 | 95.23 | - | - | - | - | - |
| 1 | 1.0262 | 101.24 | - | - | - |
| 10 | 9.6441 | 96.30 | - | - | - |

2.6 精密度实验

用铱粉样品加入低、中、高杂质元素标准配制合成样品做精密度试验。从表5可以看出，低、中、高量的相对标准偏差分别为：2.21%～6.87%、0.94%～4.09%、0.81%～4.23%。

表5方法精密度

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 低量测定值/% | 平均值/% | RSD% |
| Pt | 0.00739 | 0.00765 | 0.00742 | 0.00701 | 0.00763 | 0.00709 | 0.00746 | 0.00738 | 3.35 |
| Pd | 0.00282 | 0.00300 | 0.00300 | 0.00293 | 0.00294 | 0.00294 | 0.00287 | 0.00293 | 2.21 |
| Rh | 0.00432 | 0.00409 | 0.00431 | 0.00408 | 0.00412 | 0.00436 | 0.00448 | 0.00425 | 3.68 |
| Ru | 0.00084 | 0.00094 | 0.00090 | 0.00077 | 0.00086 | 0.00083 | 0.00080 | 0.00085 | 6.87 |
| Au | 0.00163 | 0.00180 | 0.00173 | 0.00163 | 0.00165 | 0.00180 | 0.00176 | 0.00172 | 4.54 |
| Ag | 0.00079 | 0.00080 | 0.00084 | - | 0.00078 | - | 0.00082 | 0.00081 | 2.87 |
| Al | 0.00142 | 0.00155 | 0.00146 | 0.00145 | 0.00140 | 0.00143 | 0.00158 | 0.00147 | 4.51 |
| Cu | 0.00105 | 0.00114 | 0.00113 | 0.00106 | 0.00107 | 0.00110 | 0.00115 | 0.00110 | 3.79 |
| Fe | 0.00485 | 0.00512 | 0.00509 | 0.00497 | 0.00502 | 0.00496 | 0.00557 | 0.00508 | 4.59 |
| Mg | 0.00091 | 0.00099 | 0.00098 | 0.00091 | 0.00093 | 0.00096 | 0.00108 | 0.00096 | 5.93 |
| Mn | 0.00093 | 0.00100 | 0.00099 | 0.00093 | 0.00095 | 0.00097 | 0.00098 | 0.00096 | 3.00 |
| Ni | 0.00081 | 0.00089 | 0.00088 | 0.00084 | 0.00090 | 0.00087 | 0.00082 | 0.00086 | 4.25 |
| Pb | 0.00084 | 0.00103 | 0.00099 | 0.00090 | 0.00091 | 0.00094 | 0.00100 | 0.00094 | 6.84 |
| Sn | 0.00315 | 0.00313 | 0.00354 | 0.00308 | 0.00361 | 0.00311 | 0.00326 | 0.00327 | 6.68 |
| Zn | 0.00091 | 0.00093 | 0.00080 | 0.00084 | 0.00079 | 0.00083 | 0.00089 | 0.00085 | 6.32 |
| 元素 | 中量测定值/% | 平均值/% | RSD% |
| Pt | 0.0164 | 0.0161 | 0.0168 | 0.0166 | 0.0166 | 0.0164 | 0.0170 | 0.0165 | 1.82 |
| Pd | 0.0109 | 0.0110 | 0.0112 | 0.0111 | 0.0113 | 0.0111 | 0.0113 | 0.0111 | 1.53 |
| Rh | 0.0121 | 0.0122 | 0.0122 | 0.0124 | 0.0125 | 0.0123 | 0.0126 | 0.0123 | 1.51 |
| Ru | 0.0085 | 0.0086 | 0.0084 | 0.0085 | 0.0087 | 0.0085 | 0.0086 | 0.0085 | 0.99 |
| Au | 0.0102 | 0.0102 | 0.0102 | 0.0103 | 0.0104 | 0.0102 | 0.0104 | 0.0102 | 1.09 |
| Ag | 0.0081 | 0.0081 | 0.0082 | 0.0082 | 0.0083 | 0.0081 | 0.0082 | 0.0082 | 0.97 |
| Al | 0.0092 | 0.0092 | 0.0093 | 0.0093 | 0.0097 | 0.0094 | 0.0095 | 0.0094 | 1.92 |
| Cu | 0.0091 | 0.0093 | 0.0094 | 0.0095 | 0.0096 | 0.0094 | 0.0096 | 0.0094 | 1.70 |
| Fe | 0.0138 | 0.0137 | 0.0138 | 0.0139 | 0.0139 | 0.0135 | 0.0137 | 0.0138 | 0.94 |
| Mg | 0.0096 | 0.0096 | 0.0097 | 0.0098 | 0.0097 | 0.0095 | 0.0097 | 0.0097 | 0.97 |
| Mn | 0.0096 | 0.0095 | 0.0096 | 0.0097 | 0.0096 | 0.0094 | 0.0096 | 0.0096 | 1.02 |
| Ni | 0.0084 | 0.0085 | 0.0087 | 0.0087 | 0.0088 | 0.0086 | 0.0088 | 0.0086 | 2.01 |
| Pb | 0.0089 | 0.0089 | 0.0090 | 0.0091 | 0.0091 | 0.0088 | 0.0090 | 0.0090 | 1.32 |
| Sn | 0.0105 | 0.0106 | 0.0099 | 0.0101 | 0.0108 | 0.0104 | 0.0096 | 0.0103 | 4.09 |
| Zn | 0.0080 | 0.0080 | 0.0078 | 0.0079 | 0.0080 | 0.0078 | 0.0079 | 0.0079 | 1.06 |
| 元素 | 高量测定值/% | 平均值/% | RSD% |
| Pt | 0.1073 | 0.1082 | 0.1102 | 0.1090 | 0.1100 | 0.1089 | 0.1097 | 0.1091 | 0.94 |
| Pd | 0.0934 | 0.0929 | 0.0952 | 0.0959 | 0.0964 | 0.0960 | 0.0955 | 0.0951 | 1.43 |
| Rh | 0.1082 | 0.1079 | 0.1121 | 0.1101 | 0.1112 | 0.1107 | 0.1113 | 0.1102 | 1.47 |
| Ru | 0.1201 | 0.1187 | 0.1214 | 0.1204 | 0.1216 | 0.1207 | 0.1212 | 0.1206 | 0.83 |
| Au | 0.0925 | 0.0925 | 0.0945 | 0.0935 | 0.0946 | 0.0935 | 0.0941 | 0.0936 | 0.93 |
| Ag | 0.1040 | 0.1032 | 0.1051 | 0.1017 | 0.0928 | 0.1025 | 0.0980 | 0.1010 | 4.23 |
| Al | 0.0438 | 0.0433 | 0.0446 | 0.0450 | 0.0455 | 0.0451 | 0.0449 | 0.0446 | 1.74 |
| Cu | 0.0448 | 0.0449 | 0.0460 | 0.0464 | 0.0466 | 0.0464 | 0.0462 | 0.0459 | 1.63 |
| Fe | 0.0507 | 0.0509 | 0.0509 | 0.0514 | 0.0512 | 0.0509 | 0.0510 | 0.0510 | 0.48 |
| Mg | 0.0463 | 0.0458 | 0.0464 | 0.0468 | 0.0468 | 0.0465 | 0.0467 | 0.0465 | 0.81 |
| Mn | 0.0464 | 0.0459 | 0.0467 | 0.0471 | 0.0470 | 0.0468 | 0.0468 | 0.0467 | 0.84 |
| Ni | 0.0438 | 0.0443 | 0.0458 | 0.0454 | 0.0458 | 0.0453 | 0.0458 | 0.0452 | 1.84 |
| Pb | 0.0438 | 0.0431 | 0.0441 | 0.0444 | 0.0450 | 0.0443 | 0.0442 | 0.0441 | 1.33 |
| Sn | 0.0437 | 0.0421 | 0.0434 | 0.0439 | 0.0443 | 0.0439 | 0.0435 | 0.0435 | 1.62 |
| Zn | 0.0390 | 0.0381 | 0.0392 | 0.0390 | 0.0396 | 0.0391 | 0.0396 | 0.0391 | 1.30 |

3、结论

本文采用盐酸和氯酸钾高温高压消解试样，ICP-AES同时测定纯铱中杂质元素，建立了纯铱中铂、钯、铑、钌、金、银、铜、铁、镍、铝、铅、锰、镁、锡、锌等杂质元素的测定方法。分析速度快，结果准确。15个杂质元素测定范围0.001～0.1%；方法加标回收率89.2%～117.1%；精密度0.81%～6.87%。

参考文献

[1]尚再艳, 李茂良, 朱晋, 等. YS/T 643-2007水合三氯化铱[S]. 北京：中国标准出版社, 2007.

[2]文劲松, 方卫, 李楷中.YS/T364-2006 纯铱中杂质元素的光谱分析[S]. 北京：中国标准出版社, 2006.

[3] 谭文进, 张欣, 文劲松. GB/T1422-2004 铱粉[S]. 北京：中国标准出版社, 2004.

[4]徐锁平, 杨萍, 高志祥. ICP -AES 法测定铱化合物中杂质成分[J]. 冶金分析, 23(2):20-23,2003.