

# ICP-AES 法测定三氯化钌中铁、铜、钙和镁的量

孙海荣, 杨红玉\*, 喻生活, 吕庆成  
(金川集团股份有限公司, 甘肃 金昌 737100)

**摘要:** 建立了电感耦合等离子体发射光谱法测定三氯化钌中杂质元素含量的分析方法。通过优化仪器条件, 选择合适的测定谱线、扣除背景测定样品中的杂质元素, 各待测元素的精密度(RSD)为6.00%~16.4%, 加标回收率为90.00%~110.0%。方法能满足三氯化钌产品中杂质元素的分析要求。

**关键词:** 分析化学; 电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES); 三氯化钌; 杂质元素

**中图分类号:** O657.31 **文献标识码:** A **文章编号:** 1004-0676(2018)S1-0209-03

## Determination of Iron, Copper, Calcium and Magnesium in Ruthenium Trichloride by ICP-AES

SUN Hairong, YANG Hongyu\*, YU Shengjie, LÜ Qingcheng  
(Jinchuan Group Ltd., Jinchang 737100, Gansu, China)

**Abstract:** An ICP-AES method was established to determine the content of impurity elements in ruthenium trichloride. After optimized the equipment conditions, the impurity elements in the sample are determined by selecting suitable measurement lines and deducting background. The RSD is 6.00%~16.4% and the recovery of standard addition is 90.00%~110.0%. The accuracy and precision of this method can meet the requirement of impurity elements determination in ruthenium trichloride product.

**Key words:** analytical chemistry; ICP-AES; ruthenium trichloride; impurity element

三氯化钌是钌最重要的化合物之一, 是多相催化、均相催化、电镀、涂层等领域的重要化工原料, 还可用于生产高纯度的钌化合物。三氯化钌产品一般为固体或液体。其产品标准(HG/T3679-2011)<sup>[1]</sup>规定杂质铁、铜、钙和镁采用原子吸收法(AAS)测定。

AAS测定钙的灵敏度较低, 测定误差较大, 测定速度相对较慢。电感耦合等离子体发射光谱(ICP-AES)具有化学干扰少、灵敏度高、可实现多种元素同时测定等优点<sup>[2]</sup>。本文以稀盐酸和王水分解三氯化钌样品, 用ICP-AES快速测定其中的杂质元素。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器与试剂

JY-Ultima 2 电感耦合等离子体发射光谱仪, 配置耐高盐雾化系统。

实验所用硝酸( $\rho$  1.42 g/mL)、盐酸( $\rho$  1.19 g/mL)

均为高纯试剂, 实验用水为高纯去离子水, 王水(1+3)用时现配。

单元素标准溶液(100 mg/mL): 分别移取 1.000 g/L 铁、铜、钙、镁的各单元素标准贮备溶液 10.00 mL 于一组 100 mL 容量瓶中, 以水定容。

混合标准溶液 A(5  $\mu$ g/mL): 分别移取 5.00 mL 铁、铜、钙、镁单元素标准溶液于一组 100 mL 容量瓶中, 加入 5 mL 盐酸(1+1), 以水定容。

混合标准工作溶液 B: 分别移取 5  $\mu$ g/mL 铁、铜、钙、镁标准溶液 0、1.00、2.00、5.00 mL 于一组 100 mL 容量瓶中, 加入 5 mL 王水, 以水定容。元素浓度分别为 0、0.05、0.10、0.25 mg/L。

### 1.2 试样分析

称取 0.2000 g 三氯化钌于 150 mL 聚四氟乙烯烧杯中, 以少量水润湿, 加入 10 mL 盐酸(1+1)低温溶解至小体积, 加入 5 mL 王水, 低温溶解至试样分解完全, 以水定容于 100 mL 容量瓶中。同步进

收稿日期: 2018-09-14

第一作者: 孙海荣, 女, 硕士研究生, 职称, 研究方向: 贵金属检测。E-mail: sunhrjc@163.com

\*通讯作者: 杨红玉, 女, 硕士研究生, 工程师, 研究方向: 贵金属检测。E-mail: yanghongyu1734@163.com

行空白试验。

将混合标准工作溶液(A)与试液在 ICP-AES 上测定, 由仪器计算给出杂质元素含量。

## 2 结果与讨论

### 2.1 谱线的选择

通过比较被测元素各条谱线的灵敏度及干扰情况, 最终选择背景低, 不受干扰或干扰较小的谱线作分析线, 确定的分析谱线为 Fe 259.940 nm, Cu 327.754 nm, Ca 393.366 nm, Mg 279.553 nm。

### 2.2 仪器工作条件

经实验选定工作参数为: 发射功率 1050 W, 蠕动泵速 20 r/min, 雾化气流速 0.02 L/min, 护套气稳定时间 20 s, 测定积分时间 3 s。

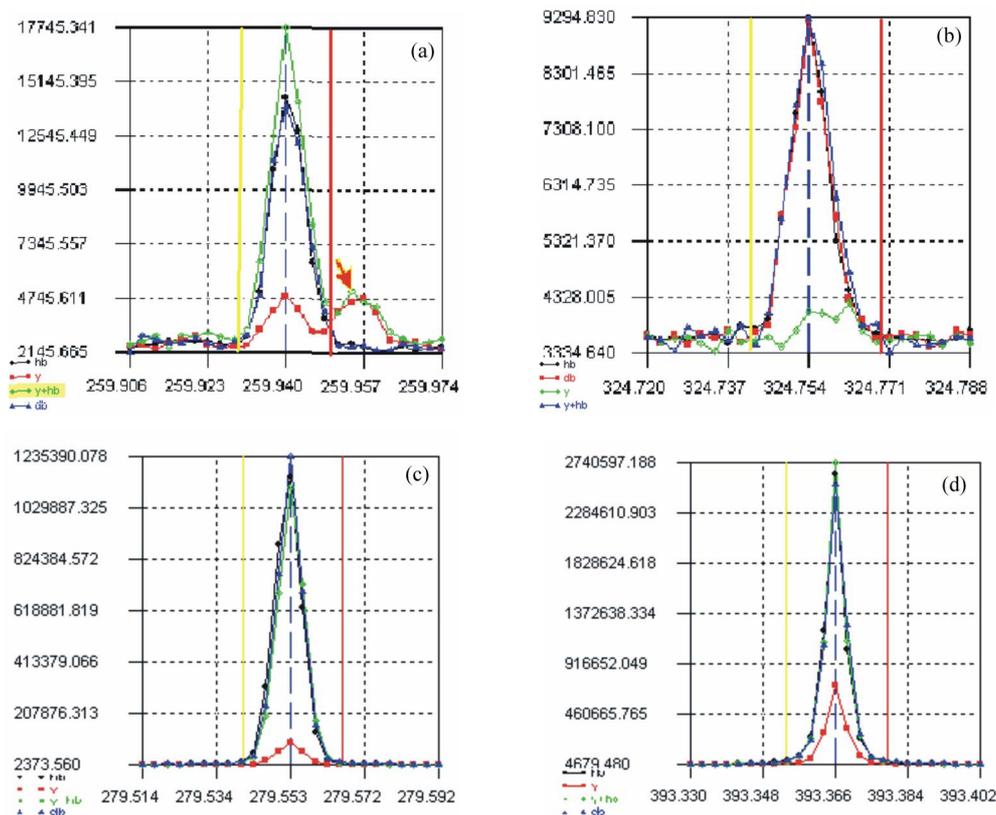
### 2.3 酸度的影响

考察了不同酸度的王水体系对杂质元素标准溶液信号强度的影响。结果表明, 在不同酸度的王水介质中, 各杂质元素溶液的发射强度无明显差别。因此, 样品经盐酸和王水溶解后, 补加 5 mL 王水后再以水定容。

### 2.4 钨基体及元素间干扰

对各被测元素混合标准溶液、单元素标准溶液、样品溶液及样品中加入相同浓度的混合标准溶液的谱图进行叠加, 结果见图 1。

由图 1 可知, 除铁外, 其他杂质元素标准溶液谱图与样品溶液谱图及混合标准溶液与单标溶液不存在明显差别, 不存在光谱干扰。而铁峰与右侧干扰峰相差 0.017 nm, 通过扣背景方式可以扣除干扰。



(a). Fe; (b). Cu; (c). Mg; (d). Ca

图 1 各待测元素扫描谱图 Fig.1 The scanning spectra of elements

### 2.5 检出限和测定下限

在选定仪器条件下, 测得各元素标准溶液线性相关系数( $r$ )大于 0.9995, 满足测定要求。用空白溶液连续测定 11 次, 以测定结果标准偏差( $SD$ )的 3 倍

作为检出限, 标准偏差的 10 倍作为该方法的测定下限。测定结果见表 1。由表 1 可知, 被测元素的测定下限均远低于产品 I 级控制限, 满足生产分析的要求。

表 1 方法的检出限和测定下限

Tab.1 Detection limit and determination of limit the method

元素	测定值/(mg/L)	SD/(mg/L)	检出限/(mg/L)	测定下限/%	产品 I 级限/%
Fe	-0.00042, 0.00060, -0.00069, 0.00019, -0.00091, -0.00049, 0.00055, -0.0011, 0.00045, -0.0017, -0.0030	0.0011	0.0033	0.00055	0.012
Cu	-0.0063, -0.0050, -0.0070, -0.0051, -0.0076, -0.0060, -0.0079, -0.0027, -0.0036, -0.0053, -0.0025	0.0018	0.0054	0.00090	0.006
Ca	0.028, 0.024, 0.027, 0.027, 0.019, 0.020, 0.028, 0.018, 0.024, 0.018, 0.018	0.0043	0.013	0.0022	0.012
Mg	0.0019, 0.00056, 0.0016, 0.0036, -0.0016, -0.0014, 0.00038, -0.00080, -0.00042, -0.00061, 0.00083	0.0016	0.0048	0.00080	0.006

### 3 实际样品分析

#### 3.1 精密度实验

按照实验方法平行测定样品 11 份, 统计精密度, 结果列于表 2。表 2 结果显示, 被测元素 11 次独立测定 RSD 为 6.0%~16.4%。

#### 3.2 加标回收率实验

为了验证法的准确性, 向试样中加入不同含量的标准溶液, 按实验方法进行样品处理和测定, 得

到样品加标回收率。结果列于表 3。表 3 的数据表明, 三氯化钆中 4 种被测元素的加标回收率为 90.0%~110.0%, 能够满足实际样品分析对准确度的要求。

#### 3.3 方法对比实验

将 11-8<sup>#</sup> 样品按本实验方法处理后, 采用 ICP-AES 法与原子吸收法测定进行了对比, 结果如表 4 所列。表结果表明, ICP-AES 法与 AAS 法结果吻合。

表 2 方法精密度实验

Tab.2 Precision experiments of the method

元素	测定值	平均值	RSD
Fe	0.0030, 0.0029, 0.0021, 0.0020, 0.0022, 0.0019, 0.0025, 0.0022, 0.0026, 0.0030, 0.0028	0.0025	16.4
Cu	0.0031, 0.0030, 0.0030, 0.0031, 0.0034, 0.0032, 0.0033, 0.0029, 0.0028, 0.0031, 0.0028	0.0031	6.13
Ca	0.00070, 0.0010, 0.00075, 0.00082, 0.00069, 0.0011, 0.00085, 0.00083, 0.00076, 0.00092, 0.00070	0.00083	15.7
Mg	0.0029, 0.0030, 0.0029, 0.0034, 0.0031, 0.0028, 0.0030, 0.0028, 0.0031, 0.0030, 0.0028	0.0030	6.00

表 3 样品加标回收率各被测元素的回收率

Tab.3 Recovery of standard addition

元素	试样值 /(mg/L)	加标量 /(mg/L)	测得量 /(mg/L)	回收率/%
Fe	0.050	0.050	0.095	90.0
		0.100	0.154	104.0
Cu	0.068	0.050	0.115	94.0
		0.100	0.166	98.0
Ca	0.015	0.020	0.037	110.0
		0.050	0.063	96.0
Mg	0.061	0.050	0.114	106.0
		0.100	0.158	97.0

表 4 方法对比实验

Tab.4 Contrast experiment of different methods

方法	Fe	Cu	Ca	Mg
ICP-AES	0.0024	0.0031	<0.0022	0.0031
AAS	0.0028	0.0030	<0.0022	0.0036

### 4 结论

将三氯化钆溶解后于, 用 ICP-AES 同时测定三氯化钆中杂质元素铁、铜、钙和镁的量。考察了基体干扰、元素之间的干扰、仪器条件、方法的精密度和准确度。结果表明, 方法准确度高, 测定简便、快速, 可以满足生产的需要。

#### 参考文献:

- [1] 全国化学标准化技术委员会氯碱分会. 电解槽金属阳极涂层用三氯化钆: HG/T 3679-2011[S]. 北京: 化学工业出版社, 2012.
- [2] 辛仁轩. 等离子体发射光谱分析[M]. 化学工业出版社, 2005: 156-157.