

氧化除钌-ICP-AES法测定钌化合物中的杂质元素

李秋莹, 甘建壮*, 王应进, 孙 祺, 方海燕, 何 姣, 徐 光

(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)

摘要: 利用四氧化钌易挥发的特点, 将钌溶液用高氯酸冒烟去除钌, 用 ICP-AES 测定样品中杂质元素。对钌基体干扰、高氯酸用量、杂质元素分析谱线、仪器分析参数等进行了研究, 确定了最佳实验条件。结果表明, 采用高氯酸冒烟, 可将试液中钌含量降低至 50 $\mu\text{g/mL}$ 以下, 有效消除钌对杂质元素的光谱干扰。方法具有较宽的测定范围, 对三氯化钌样品中 20 个杂质元素测定的相对标准偏差(*RSD*, $n=9$)为 2.0%~3.5%, 加标回收率在 86.3%~118.0%之间, 可满足钌化合物中杂质元素的测定要求。

关键词: 分析化学; 钌化合物; 氧化挥发; 电感耦合等离子体-原子发射光谱法(ICP-AES); 杂质
中图分类号: O657.31; O652.6 文献标识码: A 文章编号: 1004-0676(2020)02-0057-05

Determination of Impurity Elements in Ruthenium Compounds by Oxidation Removing Ruthenium-ICP-AES Method

LI Qiu-ying, GAN Jian-zhuang*, WANG Ying-jin, SUN Qi, FANG Hai-yan, HE Jiao, XU Guang

(State Key Laboratory of Advanced Technologies for Comprehensive Utilization of Platinum Metals,

Sino-Platinum Metals Co. Ltd., Sino-Platinum Metals Testing Technology (Yunnan) Co. Ltd., Kunming 650106, China)

Abstract: Taking advantage of the volatility characteristics of Ru(VIII) oxide, ruthenium is removed by fuming with perchloric acid, and the impurity elements in samples are determined by ICP-AES. The influencing factors, such as the interference of ruthenium matrix, the amount of perchloric acid, the spectra of analysis elements and instrument parameters were investigated, and the best experimental conditions were determined. The results showed that the ruthenium content in the test solution can be reduced to less than 50 $\mu\text{g/mL}$ by adding perchloric acid to smoke the sample, and that the spectral interference of ruthenium on impurity elements can be effectively eliminated. The method has a wide determination range. The relative standard deviations (*RSD*, $n=9$) were 2.0%~3.5% for the determination of 20 impurity elements in RuCl_3 samples. The recovery rates of standard addition were 86.3%~118.0% which can meet the requirements of impurity elements determination in ruthenium compounds.

Key words: analytical chemistry; ruthenium compound; oxidation volatilization; ICP-AES; impurities

钌化合物主要有三氯化钌、四氯化钌、氯钌酸氨、亚硝酰硝酸钌等。三氯化钌、四氯化钌主要用于氯钌酸盐的制造, 电极涂层材料等。杂质含量对金属阳极涂层的质量产生直接的影响。氯钌酸氨用于钌粉提纯, 国外对杂质控制的元素很多, 而国内

控制的元素较少^[1], 三氯化钌产品标准^[2]根据杂质含量不同把产品分为 I 级和 II 级。亚硝酰硝酸钌主要用于催化前驱体, 杂质会对催化性能产生抑制作用, 杂质元素含量过高会降低催化的活性, 严重时会造成催化剂中毒, 因此, 必须严格控制钌化合物

收稿日期: 2019-09-26

基金项目: 工业和信息化部办公厅(工信厅科[2018]31号)行业标准研制项目(2018-0580T-YS)

第一作者: 李秋莹, 女, 高级工程师, 研究方向: 贵金属仪器分析应用。E-mail: liqiuyun0922@163.com

*通讯作者: 甘建壮, 男, 高级工程师, 研究方向: 贵金属化学分析。E-mail: gjz@ipm.com.cn

中杂质元素的含量。所以,准确测定钌化合物中杂质含量是非常重要的。

三氯化钌产品标准中要求控制 Fe、Na、Ca、Mg、Cu 等杂质元素,亚硝酞硝酸钌产品标准^[3]中要求控制 Pb、Fe、Cu、Na、Ca、Mg 等杂质元素。目前杂质测定主要采用火焰原子吸收光谱法^[2]及电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)^[4-6],火焰原子吸收光谱法灵敏度低、标准工作曲线的线性范围窄,不能同时对多元素测定等局限性,已不能满足市场快速运转需求。电感耦合等离子体原子发射光谱法具有分析速度快、准确度高、线性范围宽、可多元素同时测定等优点,被广泛使用。由于钌基体对贵金属 Pt、Pd、Rh、Ir、Au 干扰特别严重,文献^[4-5]研究结果表明不能同时满足钌化合物中杂质元素分析要求。针对钌化合物中微量元素分离钌基体后再测定的分析方法鲜见文献报道。

任传婷等^[7]采用高温高压消解仪溶解钌粉,高氯酸冒烟除钌,电感耦合等离子体原子发射光谱法测定杂质,然而文中没有说残余钌量对杂质影响情况,也没有测定钌粉产品标准^[8]中的 Ag。本文用水溶解样品,加高氯酸冒烟,使钌化合物生成易挥发的四氧化钌分离钌基体,研究钌残余量对测定结果的影响,建立 ICP-AES 法同时测定钌化合物中杂质元素的方法。

1 实验

1.1 仪器及工作条件

8300DV 型电感耦合等离子体发射光谱仪(美国 Perkin Elmer 公司)。

ICP-AES 测定条件:分析功率为 1.3 kW,辅助气流量为 0.2 L/min,载气流量为 0.55 L/min,冷却气流量为 15 L/min,样品提升量为 1.5 mL/min;轴向观测;峰面积积分;预燃时间为 35 s,积分时间为 5 s。

1.2 试剂

1) 盐酸、高氯酸均为优级纯;氩气,纯度(ϕ_{Ar})大于 99.99%;实验用水为二次蒸馏水。

2) 单元素标准储备溶液:Pt、Pd、Rh、Ir、Ru、Au、Ag、Sn、Pb、Bi、As、Zn、Cu、Cd、Fe、Mn、Mg、Na、Ca、Al、Ni 等 21 个待测单元素标准储备溶液,浓度均为 1.00 mg/mL,介质为 10% HCl (Ag 标准储备溶液介质为 70% HCl 或 2% HNO₃)。用纯度不小于 99.99% 金属或其光谱纯试剂制备,或使用有

证标准储备溶液。

3) 混合标准溶液 I: 分别移取 5 mL Pt、Pd、Rh、Ir、Ru、Au、Ag、Sn、Pb、As、Zn、Cu、Cd、Fe、Mn、Mg、Al、Ni 等 18 个单元素标准储备溶液,置于 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 盐酸,用水稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 分别含上述 18 个待测元素 50.0 μg 。

混合标准级差溶液 I(浓度分别为 0、0.10、0.50、2.00、5.00、10.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$): Pt、Pd、Rh、Ir、Ru、Au、Ag、Sn、Pb、As、Zn、Cu、Cd、Fe、Mn、Mg、Al、Ni,由混合标准溶液 I 逐级稀释而成。

4) 混合标准溶液 II: 分别移取 10 mL Bi、Na、Ca 标准储备溶液,置于 100 mL 容量瓶中,加入 17 mL 盐酸,用水稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 100.0 μg Bi、Na、Ca。

混合标准级差溶液 II(浓度分别为 0、0.20、1.00、5.00、10.00、20.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$): Bi、Na、Ca,由混合标准溶液 II 逐级稀释而成。

1.3 实验方法

称取 0.2 g (精确至 0.0001 g) 样品至 50 mL 烧杯中,加入 3 mL 水,1 mL 高氯酸,置于电热板上加热,加热冒高氯酸烟至近干。冷却后,加入 2 mL 盐酸,盖上表面皿,低温溶解盐类,转入 10 mL 容量瓶中,用水洗涤表面皿及杯壁,合并洗涤液至容量瓶中并用水稀释至刻度,混匀,待测。随同样品做试剂空白溶液。用 ICP-AES 按编好的程序测定待测元素混合标准溶液和试样溶液,仪器计算得出待测元素的质量分数。

2 结果与讨论

2.1 钌基体对待测元素的干扰

在系列 10 mL 容量瓶中分别加入待测元素标准溶液和不同浓度的钌基体溶液,使溶液中待测元素的浓度均为 0.50 $\mu\text{g}/\text{mL}$,钌基体浓度分别为 0、0.030、0.055、0.15、0.55、1.00、5.0 mg/mL。在仪器工作条件下,用 ICP-AES 测定上述系列溶液中各待测元素质量浓度,结果列于表 1。

从表 1 可以看出,未加入钌时,部分元素测定值与加入值存在差异,这主要是仪器波动、混合标准配制等引起的误差,杂质元素回收率都大于 92% 以上,满足要求。钌基体浓度在 0.030~0.055 mg/mL 之间时,对大部分杂质元素影响很小;对 Au 有影响,对其余测定元素无影响。但当钌基体浓度进一

表 1 钌基体对待测元素测定结果的影响($n=6$)Tab.1 Effect of ruthenium matrix on determination of elements to be tested($n=6$)

| 元素 | 加入浓度/($\mu\text{g/mL}$) | | 测定值/($\mu\text{g/mL}$) | | | | | |
|----|---------------------------|-------|--------------------------|-------|-------|-------|--------|--------|
| | 加入 Ru/(mg/mL) | 0 | 0.030 | 0.055 | 0.15 | 0.55 | 1.00 | 5.0 |
| Pt | 0.500 | 0.508 | 0.496 | 0.470 | 0.394 | 0.050 | -0.325 | -3.34 |
| Pd | 0.500 | 0.504 | 0.517 | 0.525 | 0.511 | 0.575 | 0.651 | 1.08 |
| Rh | 0.500 | 0.511 | 0.516 | 0.503 | 0.520 | 0.568 | 0.590 | 0.855 |
| Ir | 0.500 | 0.532 | 0.525 | 0.538 | 0.532 | 0.509 | 0.524 | 0.380 |
| Au | 0.500 | 0.492 | 0.442 | 0.369 | 0.117 | -0.80 | -1.84 | -9.73 |
| Ag | 0.500 | 0.478 | 0.457 | 0.462 | 0.448 | 0.452 | 0.450 | 0.449 |
| Sn | 0.500 | 0.494 | 0.463 | 0.432 | 0.426 | 0.404 | 0.314 | -0.041 |
| Pb | 0.500 | 0.509 | 0.516 | 0.514 | 0.504 | 0.505 | 0.494 | 0.615 |
| Bi | 0.500 | 0.481 | 0.497 | 0.491 | 0.506 | 0.516 | 0.512 | 0.637 |
| As | 0.500 | 0.499 | 0.488 | 0.460 | 0.463 | 0.455 | 0.397 | 0.245 |
| Zn | 0.500 | 0.489 | 0.507 | 0.472 | 0.482 | 0.494 | 0.522 | 0.561 |
| Cu | 0.500 | 0.467 | 0.476 | 0.461 | 0.464 | 0.487 | 0.514 | 0.591 |
| Cd | 0.500 | 0.480 | 0.478 | 0.472 | 0.484 | 0.479 | 0.445 | 0.460 |
| Fe | 0.500 | 0.477 | 0.501 | 0.450 | 0.446 | 0.422 | 0.421 | 0.367 |
| Mn | 0.500 | 0.483 | 0.494 | 0.485 | 0.549 | 0.754 | 0.921 | 2.33 |
| Mg | 0.500 | 0.484 | 0.496 | 0.472 | 0.471 | 0.467 | 0.450 | 0.478 |
| Na | 0.500 | 0.496 | 0.487 | 0.503 | 0.512 | 0.479 | 0.489 | 0.510 |
| Ca | 0.500 | 0.502 | 0.512 | 0.508 | 0.513 | 0.503 | 0.514 | 0.523 |
| Al | 0.500 | 0.458 | 0.458 | 0.449 | 0.459 | 0.447 | 0.453 | 0.458 |
| Ni | 0.500 | 0.501 | 0.483 | 0.453 | 0.384 | 0.119 | -0.182 | -1.91 |

步升高, 钌对杂质元素测定的干扰越来越严重。如果直接溶样后使用 ICP-AES 测定杂质元素, 由于谱线干扰会导致结果不准确。如果能够通过氧化挥发将溶液中钌浓度降低至 0.05 mg/mL ($50 \mu\text{g/mL}$) 以下, 可以得到较准确的杂质元素测定结果。

2.2 高氯酸用量的选择

分别称取 0.2 g 三氯化钌样品 4 份(按定容体积 10 mL 计算约含钌 7.20 mg/mL), 加入待测元素标准溶液, 使溶液中待测元素的质量浓度均为 $1 \mu\text{g/mL}$, 在 4 份溶液中分别加入 0.5 、 1.0 、 1.5 、 2.0 mL 高氯酸溶液。在电热板上加热冒高氯酸烟至近干, 然后加入 2 mL 盐酸溶解盐类, 转入 10 mL 容量瓶中定容。用 ICP-AES 测定上述系列溶液中各待测元素及钌的浓度, 结果列于表 2。从表 2 可以看出, 加入高氯酸冒烟后, 样品中的大量钌基体被去除。加入 0.5 mL 高氯酸后, 钌浓度由初始的 7.20 mg/mL 降低至 $10.14 \mu\text{g/mL}$, 远低于 2.1 所提出的钌浓度小于 $50 \mu\text{g/mL}$ 的指标; 随着高氯酸用量的增加, 钌含量进一步降低; 综合考虑操作便捷性等因素, 实际操

作中高氯酸加入量以 1 mL 为宜。分析各杂质元素测定数据可以看出, 杂质回收率都在 90% 以上; 其中在基体溶液中偏差较大的杂质金元素测定结果变得稳定(具体原因有待研究), 无需进一步的处理。

2.3 测定谱线选择

根据仪器推荐分析波长列表, 每个待测元素初步选择 3~4 条灵敏度较高的谱线。通过标准级差溶液 I 和 II 进行扫描, 并制作校准曲线; 再测定空白溶液。根据每一条谱线测得的强度值、波峰形状和基线情况, 选择波峰尖锐、基线平滑、无干扰峰的谱线。同时查看每一条谱线的线性系数和空白溶液测定结果, 线性相关系数大于 0.9995 且空白溶液测定结果接近 0 的谱线作为分析线。所选各元素分析线列于表 3。按照仪器设定的工作条件对标准级差溶液进行测定, 以待测元素的质量浓度为横坐标, 发射强度为纵坐标, 绘制校准曲线, 线性范围、相关系数同样列于表 3。在仪器最佳条工作条件下对除钌基体后的溶液连续测定 9 次, 以空白值的 3 倍标准偏差计算方法中各元素的检出限, 结果列于表 3。

表2 高氯酸用量的选择

Tab.2 Selection of perchloric acid dosage

| 元素 | 加入/($\mu\text{g/mL}$) | 测定值/($\mu\text{g/mL}$) | | | |
|----|-------------------------|--------------------------|--------|--------|--------|
| | HClO_4 加入量 | 0.5 mL | 1.0 mL | 1.5 mL | 2.0 mL |
| Ru | 7.20 mg/mL | 10.14 | 3.59 | 1.75 | 1.55 |
| Pt | 1.00 | 0.970 | 0.984 | 1.01 | 0.966 |
| Pd | 1.00 | 0.921 | 0.885 | 0.935 | 0.935 |
| Rh | 1.00 | 0.961 | 0.996 | 1.02 | 0.963 |
| Ir | 1.00 | 0.912 | 1.05 | 0.871 | 1.09 |
| Au | 1.00 | 0.926 | 0.967 | 1.01 | 0.942 |
| Ag | 1.00 | 0.960 | 0.977 | 0.982 | 1.03 |
| Sn | 1.00 | 1.01 | 0.986 | 0.951 | 1.05 |
| Pb | 1.00 | 1.08 | 1.08 | 1.13 | 1.06 |
| Bi | 1.00 | 1.02 | 1.01 | 1.02 | 0.992 |
| As | 1.00 | 0.956 | 0.959 | 0.953 | 0.966 |
| Zn | 1.00 | 1.03 | 1.07 | 0.987 | 1.06 |
| Cu | 1.00 | 0.978 | 0.986 | 1.02 | 0.968 |
| Cd | 1.00 | 0.942 | 0.937 | 0.971 | 0.919 |
| Fe | 1.00 | 1.01 | 1.09 | 1.02 | 1.04 |
| Mn | 1.00 | 1.03 | 1.02 | 1.04 | 0.995 |
| Mg | 1.00 | 0.998 | 1.01 | 1.08 | 1.04 |
| Na | 1.00 | 0.960 | 0.949 | 0.923 | 0.916 |
| Ca | 1.00 | 0.954 | 1.08 | 1.09 | 0.961 |
| Al | 1.00 | 0.879 | 0.871 | 0.912 | 0.871 |
| Ni | 1.00 | 0.975 | 1.00 | 1.04 | 0.963 |

表3 校准曲线的线性范围、相关系数和检出限

Tab.3 Linear range, correlation coefficient and detection limit of calibration curve

| 元素 | 波长/nm | 线性范围/ ($\mu\text{g/mL}$) | 相关系数(r) | 检出限/ ($\mu\text{g/mL}$) |
|----|---------|-------------------------------|-------------|------------------------------|
| Pt | 299.797 | 0.10~10.0 | 0.99999 | 0.0049 |
| Pd | 340.458 | 0.10~10.0 | 0.99998 | 0.0023 |
| Rh | 343.489 | 0.10~10.0 | 0.99999 | 0.0023 |
| Ir | 224.268 | 0.10~10.0 | 0.99998 | 0.0026 |
| Au | 267.595 | 0.10~10.0 | 0.99996 | 0.013 |
| Ag | 338.289 | 0.10~10.0 | 0.99997 | 0.0013 |
| Sn | 189.927 | 0.10~10.0 | 0.99997 | 0.0078 |
| Pb | 283.306 | 0.10~10.0 | 0.99996 | 0.0049 |
| Bi | 190.171 | 0.20~20.0 | 0.99996 | 0.0076 |
| As | 188.979 | 0.10~10.0 | 0.99997 | 0.017 |
| Zn | 206.200 | 0.10~10.0 | 0.99992 | 0.0032 |
| Cu | 324.752 | 0.10~10.0 | 0.99998 | 0.0010 |
| Cd | 228.802 | 0.10~10.0 | 0.99998 | 0.0021 |
| Fe | 259.939 | 0.10~10.0 | 0.99995 | 0.0095 |
| Mn | 257.604 | 0.10~10.0 | 0.99998 | 0.0015 |
| Mg | 285.213 | 0.10~10.0 | 0.99999 | 0.011 |
| Na | 589.592 | 0.20~20.0 | 0.99994 | 0.041 |
| Ca | 396.847 | 0.20~20.0 | 0.99986 | 0.040 |
| Al | 396.153 | 0.10~10.0 | 0.99998 | 0.0016 |
| Ni | 231.604 | 0.10~10.0 | 0.99998 | 0.0015 |

2.4 加标回收试验

按照本实验方法采用高氯酸除钌后测定三氯化钌样品中 Pt、Pd、Rh、Ir、Au、Ag、Sn、Pb、Bi、As、Zn、Cu、Cd、Fe、Mn、Mg、Na、Ca、Al、Ni 等 20 个元素, 并进行加标回收试验, 结果见表 4。

表4 加标回收试验结果

Tab.4 Recovery results of standard addition

| 元素 | 本底值/($\mu\text{g/mL}$) | 加入 0.1000 $\mu\text{g/mL}$ | | 加入 1.000 $\mu\text{g/mL}$ | | 加入 10.00 $\mu\text{g/mL}$ | |
|----|--------------------------|----------------------------|-------|---------------------------|-------|---------------------------|-------|
| | | 测定值/($\mu\text{g/mL}$) | 回收率/% | 测定值/($\mu\text{g/mL}$) | 回收率/% | 测定值/($\mu\text{g/mL}$) | 回收率/% |
| Pt | 0.0021 | 0.1056 | 103.5 | 0.9917 | 99.0 | 10.10 | 101.0 |
| Pd | 0.119 | 0.2080 | 89.0 | 1.100 | 99.1 | 10.57 | 104.5 |
| Rh | 0.0169 | 0.1216 | 104.7 | 0.9799 | 96.3 | 10.03 | 100.1 |
| Ir | 0.0599 | 0.1658 | 101.9 | 1.1589 | 109.9 | 9.484 | 94.2 |
| Au | 0.0038 | 0.1069 | 103.1 | 0.9818 | 97.8 | 10.09 | 100.9 |
| Ag | 0.0266 | 0.1227 | 96.1 | 0.9796 | 95.3 | 9.956 | 99.3 |
| Sn | 0.0150 | 0.1090 | 94.0 | 1.022 | 100.7 | 9.770 | 97.5 |
| Pb | 0.0191 | 0.1235 | 104.4 | 1.060 | 104.1 | 9.941 | 99.2 |
| Bi | 0.0032 | 0.1107 | 107.5 | 0.9782 | 108.4 | 9.632 | 97.4 |
| As | 0.131 | 0.2242 | 93.2 | 1.117 | 98.6 | 10.50 | 103.7 |

续表 4 (Tab.4 continued)

| 元素 | 本底值/($\mu\text{g/mL}$) | 加入 0.1000 $\mu\text{g/mL}$ | | 加入 1.000 $\mu\text{g/mL}$ | | 加入 10.00 $\mu\text{g/mL}$ | |
|----|--------------------------|----------------------------|-------|---------------------------|-------|---------------------------|-------|
| | | 测定值/($\mu\text{g/mL}$) | 回收率/% | 测定值/($\mu\text{g/mL}$) | 回收率/% | 测定值/($\mu\text{g/mL}$) | 回收率/% |
| Zn | 0.171 | 0.2650 | 94.0 | 1.179 | 100.8 | 10.25 | 100.8 |
| Cu | 0.116 | 0.2068 | 90.8 | 1.035 | 91.9 | 9.804 | 96.9 |
| Cd | -0.0202 | 0.0813 | 101.5 | 0.9870 | 100.7 | 10.01 | 100.3 |
| Fe | 0.184 | 0.2910 | 107.0 | 1.249 | 106.5 | 10.50 | 103.2 |
| Mn | -0.0210 | 0.0815 | 102.5 | 1.039 | 106.0 | 10.02 | 100.4 |
| Mg | 0.170 | 0.2740 | 104.0 | 1.178 | 100.8 | 10.08 | 99.1 |
| Na | 0.697 | 0.8150 | 118.0 | 1.573 | 87.6 | 9.649 | 89.5 |
| Ca | 0.264 | 0.0910 | 91.0 | 0.8660 | 86.6 | 9.247 | 92.5 |
| Al | 0.256 | 0.3644 | 108.4 | 1.140 | 88.4 | 8.885 | 86.3 |
| Ni | 0.0831 | 0.1938 | 110.7 | 1.096 | 101.3 | 10.04 | 99.5 |

从表 4 可以看出, 样品中各杂质元素在加入 0.1000 $\mu\text{g/mL}$ 时加标回收率为 89.0%~118.0%, 加入 1.000 $\mu\text{g/mL}$ 时加标回收率为 86.6%~109.9%, 加入 10.00 $\mu\text{g/mL}$ 时加标回收率为 86.3%~104.5%, 能够满足实际样品分析对准确度的要求。

2.5 精密度试验

按照本实验方法测定三氯化钌中 Pt、Pd、Rh、Ir、Au、Ag、Sn、Pb、Bi、As、Zn、Cu、Cd、Fe、Mn、Mg、Na、Ca、Al、Ni 等 20 个元素, 并进行精密度试验, 结果列于表 5。表 5 数据显示, 相对标准偏差在 2.0%~3.3%之间, 可满足产品杂质测定的要求。本法可用于钌粉制备前体化合物或其他钌化合物中杂质的测定。

表 5 三氯化钌样品杂质元素测定精密度试验结果 ($n=9$)Tab.5 Results of precision test in RuCl_3 sample impurity elements determination ($n=9$) %

| 元素 | 平均值 | RSD | 元素 | 平均值 | RSD |
|----|--------|-----|----|--------|-----|
| Pt | 0.0051 | 2.0 | Zn | 0.0051 | 2.6 |
| Pd | 0.0049 | 2.9 | Cu | 0.0045 | 3.3 |
| Rh | 0.0047 | 2.1 | Cd | 0.0051 | 2.8 |
| Ir | 0.0060 | 2.4 | Fe | 0.0056 | 2.4 |
| Au | 0.0050 | 2.1 | Mn | 0.0053 | 3.5 |
| Ag | 0.0047 | 3.4 | Mg | 0.0057 | 2.2 |
| Sn | 0.0049 | 2.3 | Na | 0.0067 | 2.9 |
| Pb | 0.0049 | 2.0 | Ca | 0.0094 | 3.2 |
| Bi | 0.0049 | 3.1 | Al | 0.0047 | 2.5 |
| As | 0.0050 | 2.8 | Ni | 0.0052 | 2.8 |

3 结论

1) 当溶液中钌基体浓度大于 0.15 mg/mL 时, 对溶液中杂质元素的 ICP-AES 测定存在明显的光谱干扰; 如能控制钌浓度在 50 $\mu\text{g/mL}$ 以下, 可以有效去除光谱干扰。

2) 采用高氯酸冒烟的方法, 可将溶液中钌基体氧化挥发, 有效降低待测样品中钌浓度, 大部分杂质元素不会损失, 回收率在 90%以上。对 10 mL 的 7.20 mg/mL 的钌溶液, 1 mL 高氯酸冒烟即可将钌浓度降低至 5 $\mu\text{g/mL}$ 以下, 满足杂质含量准确测定的要求。

3) 在选定优化条件下处理测定 Pt、Pd、Rh、Ir、Au、Ag、Sn、Pb、Bi、As、Zn、Cu、Cd、Fe、Mn、Mg、Na、Ca、Al 和 Ni 等元素, 具有较好的加标回收率。方法可用于三氯化钌、亚硝酰基硝酸钌、钌粉制备前体溶液等多种钌化合物及其溶液中杂质元素的测定。

参考文献:

- [1] 邓瑞, 阐明, 陈家林, 等. 钌粉提纯和钌靶制备的研究进展[J]. 贵金属, 2019, 40(1): 82-88.
DENG R, WEN M, CHEN J L, et al. Progress in refining of ruthenium powder and preparation of ruthenium target[J]. Precious metals, 2019, 40(1): 82-88.