

## 乙酸乙酯萃取-ICP-MS 测定高纯金中杂质元素含量

洪博, 陈永红, 芦新根, 苏广东, 杨星, 张越, 尹春雨

(长春黄金研究院有限公司 国家金银及制品质量监督检验中心(长春), 长春 130012)

**摘要:** 采用乙酸乙酯萃取分离金基体, 用电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)内标法测定高纯金中 31 种杂质元素。萃取酸度为 1 mol/L HCl, 用 25 mL 乙酸乙酯可去除金基体对待测元素的干扰, 对金的萃取率大于 99.9%。将 31 种元素用  $^{45}\text{Sc}$ 、 $^{133}\text{Cs}$ 、 $^{159}\text{Tb}$ 、 $^{187}\text{Re}$  等 4 个内标元素分组测定。方法检出限为 0.25  $\mu\text{g/L}$ , 定量限为 0.83  $\mu\text{g/L}$ , 精密度( $RSD$ ,  $n=12$ )为 0.31%~5.97%, 加标回收率为 95.3%~109.2%。可满足 99.999% 的高纯金样品中杂质元素含量的检测。

**关键词:** 分析化学; 高纯金; 萃取; 内标法; 电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)

**中图分类号:** O657.63 **文献标识码:** A **文章编号:** 1004-0676(2021)02-0067-05

### Determination of impurity elements in high purity gold by ethyl acetate extraction-ICP-MS

HONG Bo, CHEN Yong-hong, LU Xin-gen, SU Guang-dong, YANG Xing, ZHANG Yue, YIN Chun-yu

(National Quality Supervision and Inspection Center for Gold and Silver Products (Changchun),

Changchun Gold Research Institute Co. Ltd., Changchun 130012, China)

**Abstract:** The gold matrix was extracted and separated by ethyl acetate solvent, and 31 impurity elements in high purity gold were determined by inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS). The extraction rate of gold was more than 99.9% when gold solution was extracted by 25 mL ethyl acetate in 1 mol/L HCl solution. 31 impurities were divided into 4 groups with  $^{45}\text{Sc}$ ,  $^{133}\text{Cs}$ ,  $^{159}\text{Tb}$ ,  $^{187}\text{Re}$  as internal standard elements. The method has a detection limit (DL) of 0.25  $\mu\text{g/L}$ , limit of quantitation (LOD) of 0.83  $\mu\text{g/L}$ , precision ( $RSD$ ,  $n=12$ ) range of 0.31%~5.97%, and standard recovery ratio of 95.3%~109.2%. The method can satisfy the determination of impurities in 99.999% high purity gold samples.

**Key words:** analytical chemistry; high purity gold; extraction; internal standard method; ICP-MS

随着新材料新工艺的发展, 高纯金材料越来越广泛应用于高精尖制造业, 如航天装备、军工产品、半导体及电子行业, 其材料的纯度往往决定产品的性能<sup>[1-2]</sup>。而纯度是否达到要求, 则需要选择合适的化学分析方法进行检测。目前, 高纯金中杂质元素含量的测定通常采用乙酸乙酯或乙醚萃取分离, 电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)测定<sup>[3]</sup>。这种方法通过有机溶剂萃取的方式实现对高纯金基体分离, 但由于测定时 ICP-AES 存在谱线干扰, 且 ICP-AES 仪器灵敏度相对电感耦合等离子质谱(ICP-MS)低<sup>[4]</sup>, 使其检出限相对略高。高纯金中金含

量大于 99.999%且杂质元素含量相对较低, 有时由于检出限无法足够低导致结果准确程度受到影响。另外一种常规 ICP-MS 方法采用标准加入内标法, 由于试液中含有大量金基体, 会导致质谱干扰, 并造成仪器测试系统的污染。

综合溶剂萃取分离金基体和 ICP-MS 测定杂质元素的优势, 本文采用乙酸乙酯萃取分离高纯金基体, 采用 ICP-MS 内标法测定高纯金中杂质元素含量, 达到提高检测灵敏度、减少质谱干扰的目的。同时运用内标法解决仪器漂移对测定结果的影响, 为高纯金的检测提供新的检测方法。

## 1 实验

### 1.1 试剂及标准溶液

盐酸( $\rho=1.19$  g/mL, 优级纯)、硝酸( $\rho=1.42$  g/mL, 优级纯)、混合酸(硝酸:盐酸:水=1:3:4)、盐酸洗液(1 mol/L, 优级纯)、乙酸乙酯(经 1 mol/L 盐酸萃取后备用, 优级纯)、高纯氩气( $\rho>99.99\%$ ), 高纯水。

$^{45}\text{Sc}$ 、 $^{133}\text{Cs}$ 、 $^{159}\text{Tb}$ 、 $^{187}\text{Re}$  混合内标溶液: Sc、Cs、Tb、Re 浓度分别为 0.1  $\mu\text{g/mL}$ 。

混合标准溶液: 浓度为 0.1  $\mu\text{g/mL}$ , 所含元素为 Ag、Al、As、Ba、Be、Bi、Cd、Co、Cr、Cu、Fe、Ga、Hg、In、Ir、Li、Mg、Mn、Mo、Ni、Pb、Pd、Pt、Rh、Ru、Sb、Se、Te、Ti、Tl、Zn 共 31 种。

### 1.2 仪器及工作参数

采用含 Mg、In、U、Rh、Ce、Pb、Be、Co 10 ng/mL 的仪器调试液对仪器各参数进行优化, 优化结果见表 1。参见陈永红等<sup>[5]</sup>报道的谱线选择, 确定本实验所使用的谱线, 列于表 2。

表 1 优化后的仪器参数值

Tab.1 Optimized instrument parameters

优化参数	设定值	优化参数	设定值
雾化器流量	0.97 L/min	冷却气(Ar)	13.2 L/min
离子透镜电压	7.0 V	雾化器流速	1.0 L/min
等离子体射频功率	1000 W	蠕动泵转速	35 r/min
检测器脉冲电压	900 V	冲洗时间	30 s
检测器模拟电压	-1500 V		

表 2 测定选用的质谱线

Tab.2 Determination of selected mass spectrum lines

元素	质量数	元素	质量数	元素	质量数
Li	7	As	75	Sb	121
Be	9	Sc	82	Te	130
Ti	47	Mg	24	Ba	138
Cr	52	Al	27	Ir	193
Mn	55	Mo	98	Pt	195
Fe	57	Ru	101	Hg	202
Co	59	Rh	103	Tl	205
Ni	60	Pd	105	Pb	208
Cu	63	Ag	107	Bi	209
Zn	66	Cd	111		
Ga	69	In	115		

### 1.3 样品前处理

采用镜面碾片机将高纯金试样碾至厚度为 0.8~1.0 mm, 备用, 放入含 100 mL 乙醇(1+1)烧杯超声 10 min, 倾去乙醇溶液, 高纯水反复洗涤, 加入 100 mL 盐酸(1+1)煮沸 5 min, 倾去盐酸溶液, 再用高纯水反复洗涤, 取出置于无尘烘箱烘干后备用。

### 1.4 分析步骤

1) 试样消解。称取 2.0 g 高纯金试样, 精确至 0.0001 g, 将试样置于 250 mL 烧杯中, 加入 20 mL 混合酸, 低温加热至完全溶解, 低温蒸发至试液颜色呈褐色(冷却后无单体金析出), 取下冷却至室温。

2) 试样溶液萃取。用盐酸(1 mol/L)将试样溶液(约 10 mL)转移至 125 mL 分液漏斗中, 加入 25 mL 乙酸乙酯, 萃取 30 s, 静置分层, 有机相用盐酸(1 mol/L)洗涤 3 次, 再次萃取 30 s, 静置分层, 水相合并。合并后的水相中加入 25 mL 乙酸乙酯, 重复上述步骤萃取两遍, 合并全部水相至原烧杯, 低温加热浓缩至约 3 mL, 用盐酸(1+19)转移至 100 mL 容量瓶中, 加入 2.50 mL 内标溶液, 并稀释至刻度, 混匀, 得到待测试液<sup>[6-7]</sup>。

3) 工作曲线的绘制。移取 0、0.50、2.50、5.00、10.00 mL 混合标准溶液, 分别置于一组 50 mL 容量瓶中, 用盐酸(1+19)定容至刻度, 加入内标溶液, 摇匀, 得到浓度分别为 0.00、1.00、5.00、10.00 和 20.00 ng/mL 的系列标准工作溶液。用 ICP-MS 进行测定, 将测定得到的被测元素与内标元素的强度比值作为纵坐标, 被测元素的浓度为横坐标绘制工作曲线。

4) 试液测定。将试样溶液和空白溶液分别用 ICP-MS 进行测定, 通过测定的被测元素与内标元素的强度比值, 进而在工作曲线上查找到相应的浓度值, 计算出各元素的质量分数。

## 2 结果与讨论

### 2.1 萃取剂的选择

萃取分离是一种很重要的化学分析手段, 高纯金的萃取方式为液-液萃取, 即用有机试剂萃取水相溶液中的金基体, 根据文献<sup>[8]</sup>报道, 乙醚、丁酮氯仿、甲基异丁基酮和乙酸乙酯等均可用来萃取纯金中的金基体(金以氯金酸的形式存在), 按照上述 1.3~1.4 所述的操作步骤, 采用加标回收的方式对 4 种有机萃取剂进行筛选, 各元素加标量为 2.50  $\mu\text{g}$ , 结果列于表 3。

表 3 不同萃取剂的加标回收率

Tab.3 Recoveries of standard addition for different extractant

/%

待测元素	萃取剂				待测元素	萃取剂				待测元素	萃取剂			
	乙酸乙酯	甲基异丁基酮	乙醚	丁酮氯仿		乙酸乙酯	甲基异丁基酮	乙醚	丁酮氯仿		乙酸乙酯	甲基异丁基酮	乙醚	丁酮氯仿
Li	101.1	85.7	98.2	83.5	As	88.6	106.3	105.2	75.6	Sb	95.4	98.4	102.4	78.9
Be	96.6	98.1	98.3	102.4	Se	105.5	117.5	100.9	90.2	Te	98.3	98.1	99.1	98.5
Ti	100.3	113.7	98.4	88.5	Mg	102.2	120.8	98.4	119.6	Ba	100.1	98.3	89.6	89.4
Cr	94.1	98.8	97.9	78.9	Al	102.4	97.9	99.3	89.0	Ir	98.1	118.4	98.9	89.5
Mn	102.7	98.1	99.5	82.7	Mo	101.3	99.1	98.3	93.0	Pt	98.3	95.4	97.0	88.1
Fe	100.9	89.0	109.9	120.6	Ru	105.2	96.2	106.1	90.0	Hg	100.2	80.1	99.0	78.3
Co	102.5	97.1	97.2	99.0	Rh	103.6	96.1	97.1	89.9	Tl	98.2	97.3	96.8	78.9
Ni	108.6	74.9	96.3	85.6	Pd	100.7	91.6	98.9	89.5	Pb	97.3	100.9	98.3	89.8
Cu	100.1	98.1	97.6	96.4	Ag	100.7	98.8	97.7	88.8	Bi	93.2	98.8	98.3	88.1
Zn	98.3	98.6	105.3	109.3	Cd	98.2	99.2	100.3	92.3					
Ga	105.6	104.1	98.3	87.2	In	97.4	100.1	105.3	84.4					

对比表 3 数据, 丁酮氯仿、甲基异丁基酮 2 种有机萃取剂, 部分杂质元素加标回收没有达到 90%~110%间的实验预设目标, 不适合用来萃取高纯金。乙醚和乙酸乙酯在盐酸体系中对金有良好的选择性, 且对待测元素的影响可忽略不计, 回收率均能控制在 90%~110%间。由于乙醚具有毒性, 从安全环保角度综合选择乙酸乙酯作为萃取剂。

## 2.2 萃取剂的用量

萃取剂的用量将直接影响萃取效率和结果的准确性。按照 1.4 中试样消解的步骤制备 5 份相同试液, 分别转移至 125 mL 分液漏斗中, 向不同漏斗中分别加入 5、15、20、25、30 和 40 mL 乙酸乙酯萃取剂, 按照 1.4 中试样萃取的步骤进行萃取, 用火焰原子吸收光谱法测定水相中残留金的含量, 差减后得到萃取率, 萃取率分别为 35.12%、80.50%、99.23%、99.93%、99.96%及 99.91%。随着萃取剂乙酸乙酯的增加, 萃取效率逐渐增加, 金基本能够完全被有机相乙酸乙酯捕捉, 当萃取剂用量为 25 mL 时达到最大萃取率, 确定乙酸乙酯萃取剂最佳用量为 25 mL。

## 2.3 盐酸介质浓度的影响

高纯金萃取体系的介质为盐酸。盐酸介质浓度的改变将直接影响有机萃取剂在萃取体系中的萃取效率, 进而导致目标杂质元素不能完全进入到水相中, 所以合适的盐酸介质浓度是测定高纯金中杂质元素的重要影响因素。按照 1.3~1.4 步骤操作, 向金试样溶液中加入待测杂质元素, 质量浓度为 12.5 ng/mL, 考察了盐酸介质浓度分别为 0.5、1.0、2.0 和

3.0 mol/L 时萃取效果, 结果以加标回收率的形式表达, 结果列于表 4。

从表 4 中可以看出, 随着萃取体系酸度的增大, 特别在萃取体系酸度为 3.0 mol/L 时, 部分元素如 Fe、Ga、In、Mo、Te 等的回收率有明显偏低趋势。另外, 高纯金中常见杂质元素如 Ag、Cu、Fe 元素, 其在 0.5、2.0 和 3.0 mol/L 萃取体系介质酸度中其回收率均未达到 90%~110%的要求。经过对比, 当萃取酸度为 1 mol/L 时, 全部元素回收率均满足要求; 且在满足回收率要求的同时, 相对较低介质酸度更有利于空白信号的降低, 因此萃取体系酸度最佳为 1.0 mol/L。

## 2.4 内标溶液的选择

内标法能够很好的解决因仪器不稳定而对检测结果的影响。选择内标元素时, 要充分考虑基体以及被测元素对内标元素的影响, 通过引用本单位文献<sup>[5]</sup>中关于内标元素的选择, 将 <sup>45</sup>Sc、<sup>133</sup>Cs、<sup>159</sup>Tb 及 <sup>187</sup>Re 等 4 种元素作为内标元素, 故本实验以这 4 种内标元素为研究对象, 对含有质量浓度 5.0、10.0 和 20.0 ng/mL 的待测元素混合标液进行测定, 按照上述 1.3~1.4 的操作步骤, 考察在不同内标元素不同加标量下待测元素的加标回收率情况, 表 5 为对不同内标元素筛选后所得结果。

通过对 4 种内标元素逐一进行筛选, 将待测 31 种元素划分为 4 个梯队, 内标元素划分如下: 1) Li、Be、Ti、Cr、Mn、Fe、Co、Ni、Cu、Zn、Mg、Al、Te 的最佳内标元素为 <sup>45</sup>Sc。2) Mo、Ru、Rh、Pd、Ag、Cd、In、Sb、Ba、Pt 的最佳内标元素为 <sup>113</sup>Cs。

3) As、Se、Ir 的最佳内标元素为  $^{159}\text{Tb}$ 。4) Ga、Hg、Tl、Pb、Bi 的最佳内标元素为  $^{187}\text{Re}$ 。同时, 由表 5 可知, 采用上述分组, 31 种待测元素加标回收率均达到 90%~110% 的要求, 说明内标元素的选择及划分合理。

### 2.5 方法检出限

在选定的 ICP-MS 最佳化条件下绘制标准曲线, 所有元素的标准曲线相关系数均大于 0.9995, 对 11 份样品空白溶液进行连续测定, 31 种元素中空白平均测定值最高的为 Mg 元素, 即平均值为  $0.058\ \mu\text{g/L}$ , 同时 Mg 元素的标准偏差也为最大的, 即标准偏差

为  $0.083\ \mu\text{g/L}$ , 故以 Mg 元素空白检测结果的 3 倍的标准偏差为作为方法检出限(LOD), 以 10 倍的标准偏差作为方法定量限(LQD)。故本方法的方法检出限(LOD)为  $0.25\ \mu\text{g/L}$ , 方法定量限(LQD)为  $0.83\ \mu\text{g/L}$ 。

### 2.6 方法精密度和准确度

按照上述 1.3~1.4 的操作步骤, 对高纯金中 31 种元素进行加标实验, 样品加标测定 12 次, 考察方法精密度和准确度。由表 6 可以看出, 本方法精密度(RSD)为 0.31%~5.97%, 加标回收率为 95.3%~109.2%, 方法精密度和准确度能够满足检测要求。

表 4 不同盐酸介质浓度萃取体系的加标回收率( $\rho=12.5\ \text{ng/mL}$ ,  $n=4$ )

Tab.4 Results of standard addition recovery ( $\rho=12.5\ \text{ng/mL}$ ,  $n=4$ ) under different acidity of extraction system

/%

待测元素	HCl/(mol/L)				待测元素	HCl/(mol/L)				待测元素	HCl/(mol/L)			
	0.5	1.0	2.0	3.0		0.5	1.0	2.0	3.0		0.5	1.0	2.0	3.0
Li	100.5	107.5	103.5	93.0	As	110.0	107.0	94.0	101.5	Sb	90.0	96.0	84.0	93.0
Be	99.0	101.0	99.0	100.0	Se	98.0	107.0	96.3	115.0	Te	88.0	107.0	89.8	100.0
Ti	98.3	97.5	92.3	91.8	Mg	92.0	98.0	98.0	100.3	Ba	90.0	103.0	95.8	91.8
Cr	98.0	98.0	96.3	94.3	Al	98.0	96.5	92.5	92.0	Ir	90.0	99.5	95.0	94.3
Mn	89.5	95.5	91.8	91.8	Mo	88.0	95.0	68.0	13.3	Pt	98.0	101.5	95.0	91.8
Fe	80.0	109.0	85.0	16.3	Ru	88.0	100.0	86.0	87.0	Hg	88.8	96.3	84.5	16.3
Co	98.5	96.0	93.5	93.3	Rh	95.5	93.0	93.8	93.8	Tl	99.0	98.5	93.3	93.3
Ni	90.0	97.0	93.5	92.0	Pd	95.0	94.0	87.3	86.3	Pb	88.0	99.5	91.3	92.0
Cu	823	96.0	88.5	87.0	Ag	87.0	93.5	75.8	74.3	Bi	100.0	103.0	93.8	87.0
Zn	88.0	94.0	90.3	80.8	Cd	90.8	93.5	91.3	90.5					
Ga	90.5	95.2	90.4	85.8	In	90.0	95.0	94.5	70.0					

表 5 内标-加入校正法的回收率( $n=4$ )

Tab.5 Recoveries results of internal standard addition correction method ( $n=4$ )

/%

测定元素	加入值/(ng/mL)			内标核素	测定元素	加入值/(ng/mL)			内标核素	测定元素	加入值/(ng/mL)			内标核素
	5	10	20			5	10	20			5	10	20	
Li	101.1	98.9	97.7	$^{45}\text{Sc}$	Al	100.4	105.9	107.5	$^{45}\text{Sc}$	Pt	98.1	99.1	100.0	$^{133}\text{Cs}$
Be	96.6	103.1	101.6	$^{45}\text{Sc}$	Te	100.8	102.8	98.3	$^{45}\text{Sc}$	As	93.6	106.0	103.5	$^{159}\text{Tb}$
Ti	106.3	102.2	100.5	$^{45}\text{Sc}$	Mo	101.6	99.2	98.0	$^{133}\text{Cs}$	Se	105.5	103.7	108.0	$^{159}\text{Tb}$
Cr	94.1	95.8	99.7	$^{45}\text{Sc}$	Ru	101.6	101.3	97.3	$^{133}\text{Cs}$	Ir	99.0	98.9	99.0	$^{159}\text{Tb}$
Mn	102.7	100.0	100.1	$^{45}\text{Sc}$	Rh	103.0	98.2	97.4	$^{133}\text{Cs}$	Ga	104.8	106.1	105.5	$^{187}\text{Re}$
Fe	100.3	109.7	108.9	$^{45}\text{Sc}$	Pd	100.4	95.7	97.0	$^{133}\text{Cs}$	Hg	101.0	96.8	101.1	$^{187}\text{Re}$
Co	100.3	97.7	100.3	$^{45}\text{Sc}$	Ag	100.9	98.8	101.1	$^{133}\text{Cs}$	Tl	99.0	97.5	98.1	$^{187}\text{Re}$
Ni	101.4	98.4	100.3	$^{45}\text{Sc}$	Cd	103.6	102.6	101.6	$^{133}\text{Cs}$	Pb	97.9	98.6	99.0	$^{187}\text{Re}$
Cu	104.9	98.6	101.5	$^{45}\text{Sc}$	In	101.5	100.7	100.1	$^{133}\text{Cs}$	Bi	97.4	97.8	98.6	$^{187}\text{Re}$
Zn	106.7	107.8	100.5	$^{45}\text{Sc}$	Sb	105.1	104.0	101.7	$^{133}\text{Cs}$					
Mg	103.8	107.3	104.5	$^{45}\text{Sc}$	Ba	109.5	96.4	93.8	$^{133}\text{Cs}$					

表6 精密度、准确度实验( $n=12$ )Tab.6 Precision and accuracy tests of the method ( $n=12$ )

测定元素	加标量/(ng/mL)	测定平均值/(ng/mL)	RSD%	回收率/%	测定元素	加标量/(ng/mL)	测定平均值/(ng/mL)	RSD%	回收率/%	测定元素	加标量/(ng/mL)	测定平均值/(ng/mL)	RSD%	回收率/%
Li	10.00	9.85	1.08	98.5	Al	10.00	10.54	3.64	105.4	Pt	10.00	9.87	0.96	98.7
Be	10.00	10.26	1.82	102.6	Te	10.00	10.23	1.62	102.3	As	10.00	10.55	3.71	105.5
Ti	10.00	10.18	1.22	101.8	Mo	10.00	9.88	0.89	98.8	Se	10.00	10.32	2.22	103.2
Cr	10.00	9.54	3.43	95.4	Ru	10.00	10.09	0.60	100.9	Ir	10.00	9.85	1.10	98.5
Mn	10.00	9.96	0.31	99.6	Rh	10.00	9.78	1.61	97.8	Ga	10.00	10.56	3.77	105.6
Fe	10.00	10.92	5.97	109.2	Pd	10.00	9.53	3.50	95.3	Hg	10.00	9.64	2.66	96.4
Co	10.00	9.73	1.98	97.3	Ag	10.00	9.84	1.18	98.4	Tl	10.00	9.71	2.13	97.1
Ni	10.00	9.80	1.47	98.0	Cd	10.00	10.21	1.49	102.1	Pb	10.00	9.82	1.32	98.2
Cu	10.00	9.82	1.32	98.2	In	10.00	10.03	0.18	100.3	Bi	10.00	9.74	1.91	97.4
Zn	10.00	10.73	4.83	107.3	Sb	10.00	10.35	2.42	103.5					
Mg	10.00	10.68	4.52	106.8	Ba	10.00	9.60	2.96	96.0					

### 3 结论

1) 对比表明,乙酸乙酯适用于高纯金测定中金的萃取分离。萃取时最佳盐酸介质浓度为 1.0 mol/L,乙酸乙酯用量为 25 mL,此时 99.9%以上的金被选择性萃取分离。

2) 在 ICP-MS 测定中,选用  $^{45}\text{Sc}$ 、 $^{133}\text{Cs}$ 、 $^{159}\text{Tb}$ 、 $^{187}\text{Re}$  等 4 个同位素作为内标元素,将 31 种元素分为  $^{45}\text{Sc}$  组(包括 Li、Be、Ti、Cr、Mn、Fe、Co、Ni、Cu、Zn、Mg、Al 和 Te),  $^{133}\text{Cs}$  组(包括 Mo、Ru、Rh、Pd、Ag、Cd、In、Sb、Ba 和 Pt),  $^{159}\text{Tb}$  组(包括 As、Se 和 Ir),  $^{187}\text{Re}$  组(Ga、Hg、Tl、Pb 和 Bi),测定数据稳定,对 0~20 n/mL 杂质元素的回收率均可满足 90%~110%的要求。

3) 采用乙酸乙酯萃取-ICP-MS 内标法进行高纯金中杂质元素的测定,方法检出限为 0.25  $\mu\text{g/L}$  和定量限分别为 0.83  $\mu\text{g/L}$ ,方法精密度(RSD,  $n=12$ )为 0.31%~5.97%,加标回收率为 95.3%~109.2%。方法流程稍长,但与现有方法相比,提高检测精密度、降低了方法检出限,为含金量  $\geq 99.999\%$  高纯金样品提供了新的检测方法。

#### 参考文献:

- [1] 张卜升, 吴永谦, 张科, 等. 高纯金、银制备研究现状及展望[J]. 稀有金属与硬质合金, 2017, 45(6): 1-4.  
ZHANG P S, WU Y Q, ZHANG K, et al. Research status

and prospect on preparation of high-purity gold and silver [J]. Rare Metals and Cemented Carbides, 2017, 45(6): 1-4.

- [2] 刘灿辉. 高纯材料中痕量元素分析的发展趋势[J]. 四川有色金属, 2002(3): 17-19.

LIU C H. Development trend of trace elements analysis for high purity materials[J]. Sichuan Nonferrous Metals, 2002(3): 17-19.

- [3] 陈永红, 黄蕊, 陈菲菲, 等. 乙酸乙酯萃取 ICP-AES 测定高纯金中的痕量杂质[J]. 黄金, 2009, 30(7): 54-57.

CHEN Y H, HUANG R, CHEN F F, et al. Determination of the impurity elements in high purity gold using ICP-AES method after matrix extraction by ethyl acetate[J]. Gold, 2009, 30(7): 54-57.

- [4] 冯先进, 屈太原. 电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)最新应用进展[J]. 中国无机分析化学, 2011, 1(1): 46-52.

FENG X J, QU T Y. The latest application progress of inductively coupled plasma mass spectrometry[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2011, 1(1): 46-52.

- [5] 陈永红, 黄蕊, 陈菲菲, 等. ICP-MS 测定高纯金中的杂质元素[J]. 黄金, 2009, 30(4): 43-47.

CHEN Y H, HUANG R, CHEN F F, et al. Determination of impurity element in high-purity gold by ICP-MS[J]. Gold, 2009, 30(4): 43-47.