DOI:10.13228/j.boyuan.issn1000-7571.010433

多元光谱拟合校正-电感耦合等离子体原子发射 光谱法测定铱化合物中 19 种杂质元素

李秋莹,甘建壮,何 姣,方海燕,孙 祺,王应进

(昆明贵金属研究所,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,云南昆明 650106)

摘 要:铱化合物产品中杂质元素的准确测定,是判定产品级别的重要指标,以往常采用摄谱 法进行测定,但 Ca、Si、Mg、Fe、Na 测定结果准确性差,周期较长。根据铱化合物易溶于水及 酸的性质,采用盐酸溶解样品,电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)测定了三氯化 铱、四氯化铱、氯铱酸、氯铱酸铵等铱化合物中 Pt、Pd、Ru、Rh、Ag、Au、Cu、Fe、Zn、Ni、Mn、 Mg、Al、Ca、Sn、Na、Si、Pb、K 等 19 种杂质元素。基体 Ir 对 Pt、Sn 产生的光谱干扰采用多元 光谱拟合(MSF)方法校正,杂质元素间没有干扰。方法的检出限(μ g/mL)为 0.078(Pt)、 0.0080(Pd)、0.014(Ru)、0.031(Rh)、0.0029(Ag)、0.016(Au)、0.0035(Cu)、0.012(Fe)、 0.014(Zn)、0.0098(Ni)、0.0010(Mn)、0.0022(Mg)、0.0016(Al)、0.021(Ca)、0.057(Sn)、 0.020(Na)、0.11(Si)、0.014(Pb)和 0.0083(K)。按照实验方法测定三氯化铱中 Pt、Pd、Ru、 Rh、Ag、Au、Cu、Fe、Zn、Ni、Mn、Mg、Al、Ca、Sn、Na、Si、Pb、K 等 19 种元素,结果的相对标准 偏差(RSD, n=9)为 1.2%~7.4%;加标回收率在 89%~114%之间。

关键词:电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES);多元光谱拟合(MSF);铱化合物;杂质元素

中图分类号:O657.31;TF03⁺1 文献标:

文献标志码:A

文章编号:1000-7571(2018)09-0063-06

铱化合物在催化行业中具有重要作用和广泛用 途,通常用作导电材料、防腐涂料、显示材料等。其 纯度直接影响和制约产品的使用性能及加工工艺。 随着用量的不断增大,铱化合物的使用、材料研究和 生产经营人员都需要更快速、更准确的掌握其中杂 质元素的含量。

以往常采用摄谱法进行铱化合物中杂质的测定,该方法存在精密度和正确度差、Ca和Si易污染、 Na难测定、分析周期长、Ir消耗量大等问题。目前 采用电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES) 和电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)测定贵金属 Pd、Pt、Rh、Ir及其化合物报道很多^[1-6],电感耦合等 离子体原子发射光谱法(ICP-AES)因具有分析速度 快、准确度高、动态线性范围宽、可多元素同时测定、 基体浓度对仪器影响小等特点,使用更广。徐锁平 等^[6]采用 ICP-AES 测定铱化合物中杂质成分,但只 测定 Al、Ba、Au、Pd、Pt、Ru、Rh 等7个元素,不能满 足铱化合物产品标准^[7-8]需要测定 Pt、Pd、Rh、Ru、 Au、Ca、Fe、Na、Cu、Mg、Pb、Mn、Al、Si 等杂质的要 求。而刘红等^[9]建立了采用辉光放电质谱法测定 Ir 及铱合金中的 16 种杂质元素的方法,也不能满足铱 化合物产品标准需要测定 Ca、Na 杂质的要求。

根据三氯化铱、四氯化铱、氯铱酸、氯铱酸铵等 铱化合物易溶于水及酸的性质,本文采用盐酸溶解 样品,并应用多元光谱拟合(MSF)技术消除 Ir 基体 对杂质元素测定时的光谱干扰,使用 ICP-AES 测定 上述铱化合物中 Pt、Pd、Ru、Rh、Ag、Au、Cu、Fe、 Zn、Ni、Mn、Mg、Al、Ca、Sn、Na、Si、Pb、K 等 19 种杂 质元素。实验表明:基体 Ir 的质量浓度在 1~ 15 mg/mL 范围内,除了光谱干扰外,其他干扰效应 的影响相对较小,因此标准溶液系列不需要进行基 体匹配,大大节约分析成本,提高工作效率。方法完 全满足铱化合物产品标准对杂质元素的要求。

1 实验部分

1.1 仪器及工作条件

5300DV型电感耦合等离子体发射光谱仪(美国 PE 公司)。

收稿日期:2018-06-04

作者简介:李秋莹(1976—),女,高级工程师,主要从事贵金属分析与仪器分析;E-mail:liqiuyun0922@163.com

LI Qiu-ying, GAN Jian-zhuang, HE Jiao, et al. Determination of nineteen impurity elements in iridium compounds by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry with multi-component spectral fitting correction.

Metallurgical Analysis, 2018, 38(9):63-68

ICP-AES 工作条件:分析功率为 1.2kW,辅助 气流量为 0.2L/min,载气流量为 0.8L/min,冷却 气流量为 15L/min,样品提升量为 1.5mL/min;轴 向观测;峰面积和 MSF 积分;预燃时间为 35s,积分 时间为 5s。

1.2 主要试剂

Pt、Pd、Ru、Rh、Ag、Au、Cu、Fe、Zn、Ni、Mn、 Mg、Al、Ca、Sn、Na、Si、Pb、K 单元素标准储备溶液: 1.00 mg/mL,用纯度不小于 99.99%的金属或其化 合物制备;混合标准溶液系列 I:Ag、Cu、Fe、Zn、Ni、 Mn、Mg、Al 质量浓度分别为 0、0.10、0.50、2.00、 5.00、10.00 μg/mL,由相应元素的标准储备溶液逐 级稀释而成;混合标准溶液系列 II:Pt、Pd、Ru、Rh、 Au、Ca、Sn、Na、Si、Pb、K 质量浓度分别为 0、0.20、 1.00、5.00、10.00、20.00 μg/mL,由相应元素的标 准储备溶液稀释而成。

Ir 基体溶液:12 mg/mL,称取 0.1200g Ir 粉 (纯度不小于 99.95%),置于硬质玻璃封管中,加入 已用冰水冷却的 8 mL 盐酸、2 mL 过氧化氢,立即用 乙炔火焰熔化硬质玻璃封管的管口并密封,置于盛 有煤油的钢弹中,盖上内盖,旋紧外盖,再置于马弗 炉中升温至(300±5)℃,恒温溶解 72 h。取出,冷 却,置于冰箱中冷冻 2 h。取出,立即用石英砂划开 硬质玻璃封管的管口,用水吹洗入 200 mL 烧杯中, 低温蒸至约 2 mL。取下,冷却,转入 10 mL 容量瓶 中,用水稀释至刻度,混匀。

盐酸:优级纯;双氧水:优级纯;氩气:φ(Ar)= 99.99%;实验用水均为二次蒸馏水。

1.3 实验方法

称取 0.2g(精确至 0.0001g)样品至 100 mL 烧 杯中,加入 2 mL 水、2 mL 盐酸,于(120±10)℃溶解 完全,冷却,转入 10 mL 容量瓶中,用水洗涤杯盖及 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。

2 结果与讨论

2.1 分析线

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。通过标准溶液 系列 I 和 II 进行扫描,并制作校准曲线;再测定 12 mg/mL Ir 基体溶液。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、无干扰峰或干扰峰较小的谱线。同时查看每一 条谱线的线性系数和 Ir 基体溶液的测定结果,确定 线性相关系数大于 0.9995 且 Ir 基体溶液测定结果 接近 0 的谱线作为分析线。所选择的各元素分析线 见表 1。

表1 各元素分析线

Table 1 Spectral line of each element r	ım
---	----

元素	波长	元素	波长	元素	波长
Element	Wavelength	Element	Wavelength	Element	Wavelength
Pt	I 299.797	Fe	II 259,939	Sn	II 189.927
Pd	I 340.458	Zn	I 213.857	Na	I 589.592
Ru	II 240.272	Ni	I 341.476	Si	I 288.158
Rh	II 346.204	Mn	II 259.372	Pb	I 405.781
Ag	I 338.289	Mg	II 280.271	К	I 766.490
Au	I 267.595	Al	I 396.153		
Cu	I 324.752	Ca	II 396.847		

2.2 仪器工作条件

本文采用轴向观测,分别改变高频发射功率 (1.1~1.3kW)、辅助气流量(0.15~0.3L/min)、 载气流量(0.7~0.9L/min),在各元素分析线的波 长处,考察上述参数的变化对 12 mg/mL Ir 及 1 µg/ mL 待测元素混合标准溶液测定的影响。结果表 明,上述参数的改变对各待测元素测定的影响不大, 但改变辅助气流量时,分析谱线强度值变化大。因 此选择仪器工作条件如下:分析功率为 1.2 kW,辅 助气流量为 0.2 L/min,载气流量为 0.8 L/min。

2.3 Ir 基体干扰

试验考察了 Ir 基体对待测元素测定的干扰,配 制待测元素质量浓度为 1µg/mL 的标准溶液,其中 Ir 基体的质量浓度分别为 1.0、5.0、10、12、15 mg/ mL。使用标准溶液系列绘制校准曲线后,在各待测 元素分析线处对上述溶液进行测定,测定结果见表 2。从表 2 可以看出, Ir 基体的质量浓度在 1.0~ 10 mg/mL 之间,对待测元素测定影响不大;但当 Ir 基体质量浓度到 12 mg/mL 以上对 Pt、Sn 的测定有 一定影响,对其他元素影响不大。本法采用 MSF 技术解决 Ir 基体对 Pt、Sn 的光谱干扰。实验表明: 基体 Ir 的质量浓度在 1~15 mg/mL 范围内,除了 光谱干扰外,其他干扰效应的影响相对较小,因此标 准溶液不需要进行基体匹配。

2.4 Ir 基体干扰的 MSF 校正

先在各元素分析谱线处分别测定空白溶液、 1μg/mL待测元素标准溶液和 12 mg/mL Ir 基体溶 液的质量浓度,建立 2.3 中 Ir 对 Pt、Sn 测定影响的 MSF 模型。通过标准溶液系列制作校准曲线,在各 元素分析谱线处对 12 mg/mL Ir 溶液进行测定,得到 Ir 基体对 Pt、Sn 测定的干扰值分别为 0.0576μg/mL、

						• =		
元素	质量浓度		测定值 Found					
Element	Mass concentration	1.0 mg/mL	5.0 mg/mL	10 mg/mL	12 mg/mL	$15\mathrm{mg/mL}$		
Pt	1.00	1.09	1.09	1.10	1.13	1.18		
Pd	1.00	0.967	0.947	0.964	0.945	0.953		
Ru	1.00	0.929	0.942	0.893	0.889	0.887		
Rh	1.00	0.916	0.911	0.918	0.909	0.903		
Ag	1.00	0.916	0.918	0.893	0.919	0.889		
Au	1.00	1.02	1.03	0.982	1.03	1.03		
Cu	1.00	0.934	0.911	0.893	0.898	0.919		
Fe	1.00	1.02	1.00	0.980	0.916	1.01		
Zn	1.00	0.895	0.918	0.980	0.918	0.913		
Ni	1.00	0.978	0.970	0.922	0.958	0.898		
Mn	1.00	1.05	1.01	1.02	0.998	1.01		
Mg	1.00	1.09	1.10	1.04	1.03	1.05		
Al	1.00	1.11	0.996	0.984	0.878	1.04		
Ca	1.00	0.988	1.08	0.896	1.04	0.887		
Sn	1.00	0.913	0.933	0.866	0.857	0.818		
Na	1.00	0.985	1.02	1.01	0.997	0.977		
Si	1.00	1.03	0.986	1.01	0.978	0.996		
Pb	1.00	1.07	0.968	0.957	0.928	0.930		
Κ	1.00	0.987	0.979	0.998	0.997	0.987		

表 2 Ir 基体对待测元素测定结果的影响

 Table 2
 Effect of iridium matrix on the determination results of test elements

 $\mu g/mL$

0.0298μg/mL;而不使用 MSF 模型时 Ir 基体对 Pt、 Sn 测定的干扰值分别为 0.192μg/mL、-0.241μg/ mL。由此可见采用 MSF 功能后 Ir 基体对 Pt、Sn 测 定的干扰值均比不使用 MSF 时大幅降低,从而解决 了 Ir 基体对 Pt、Sn 测定的光谱干扰。

2.5 待测元素之间的相互影响

为了考察待测元素之间的影响,在各元素分析 谱线处,用 ICP-AES 测定质量浓度均为 20 μg/mL 的各待测元素溶液(介质为 2.4 mol/L 盐酸)。结果 表明测定值与理论值之间的偏差均小于 0.05μg/ mL,说明待测元素之间不存在相互影响。

2.6 校准曲线和检出限

按照仪器设定的工作条件对标准溶液系列进行 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、线性回归方程和 相关系数见表3。在仪器最佳工作条件下对12mg/ mL Ir 基体溶液连续测定9次,以3倍标准偏差计算 方法中各元素的检出限,结果见表3。

表 3 校准曲线的线性范围、线性回归方程、相关系数和检出限

Table 3	Linear range,	linear	regression	equation,	correlation	coefficient	of	calibration	curve	and	detection	lim	it
---------	---------------	--------	------------	-----------	-------------	-------------	----	-------------	-------	-----	-----------	-----	----

*	波长	线性范围	线性回归方程	相关系数	检出限
儿系 Flamant	Wavelength/	Linear range/	Linear regression	Correlation	Detection limit/
Liement	nm	$(\mu g/mL)$	equation	coefficient	$(\mu g/mL)$
Pt	299.797	0.20~20.00	y = 3 + 1234x	0.999999	0.078
Pd	340.458	0.20~20.00	y = 288 + 19470x	0.999999	0.0080
Ru	240.272	0.20~20.00	y = 71 + 2712x	0.999999	0.014
Rh	346.204	0.20~20.00	y = -56 + 1814x	0.99998	0.031
Ag	338.289	0.10~10.00	y = -187 + 34570x	0.999999	0.0029
Au	267.595	0.20~20.00	y = 195 + 4945x	0.99997	0.016
Cu	324.752	0.10~10.00	y = -2621 + 128500x	0.99998	0.0035
Fe	259.939	0.10~10.00	y = 260 + 23770x	0.999999	0.012
Zn	213.857	0.10~10.00	y = 2094 + 7648x	0.99983	0.014
Ni	341.476	0.10~10.00	y = -155 + 8519x	0.999999	0.0098
Mn	259.372	0.10~10.00	y = 780 + 65610x	0.999999	0.0010
Mg	280.271	0.10~10.00	y = 8064 + 390300x	0.99998	0.0022

LI Qiu-ying, GAN Jian-zhuang, HE Jiao, et al. Determination of nineteen impurity elements in iridium compounds by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry with multi-component spectral fitting correction. Metallurgical Analysis, 2018, 38(9);63-68

续表 3								
元素 Element	波长 Wavelength/ nm	线性范围 Linear range/ (µg/mL)	线性回归方程 Linear regression equation	相关系数 Correlation coefficient	检出限 Detection limit/ (µg/mL)			
Al	396.153	0.10~10.00	y = -3060 + 87480x	0.99995	0.016			
Ca	396.847	0.20~20.00	y = 149315 + 1819000x	0.99975	0.021			
Sn	189.927	0.20~20.00	y = 17 + 278x	0.99996	0.057			
Na	589.592	0.20~20.00	y = -1981 + 415100x	0.999 98	0.020			
Si	288.158	0.20~20.00	y = 265 + 2963x	0.99997	0.11			
$^{\rm Pb}$	405.781	0.20~20.00	y = 158 + 8538x	0.999 99	0.014			
К	766.490	0.20~20.00	y = -38979 + 243700x	0.99978	0.012			

2.7 精密度试验

按照实验方法测定三氯化铱中 Pt、Pd、Ru、Rh、 Ag、Au、Cu、Fe、Zn、Ni、Mn、Mg、Al、Ca、Sn、Na、Si、 Pb、K 等 19 种元素,并进行精密度试验,测定结果及 其相对标准偏差(RSD,n=9)见表 4。

表 4 精密度试验结果 Table 4 Results of precision test

			-		
元素 Element	测定值 Found w/%	RSD (n=9)/ %	元素 Element	测定值 Found w/%	$\frac{\text{RSD}}{(n=9)/2}$
Pt	0.0056	3.0	Mn	0.0049	1.4
Pd	0.0047	2.1	Mg	0.0051	1.2
Ru	0.0049	2.2	Al	0.0049	1.6
Rh	0.0063	2.3	Ca	0.0060	1.7
Ag	0.0047	1.8	Sn	0.0056	1.7
Au	0.0055	2.0	Na	0.015	5.8
Cu	0.0046	1.5	Si	0.018	7.4
Fe	0.0041	2.8	Pb	0.0049	2.0
Zn	0.0052	2.4	K	0.0070	2.3
Ni	0.0045	1.8			

2.8 加标回收试验

按照实验方法测定三氯化铱中 Pt、Pd、Ru、Rh、 Ag、Au、Cu、Fe、Zn、Ni、Mn、Mg、Al、Ca、Sn、Na、Si、 Pb、K 等 19 种元素,并进行加标回收试验,结果见 表 5。

3 结语

本文根据铱化合物易溶于水及酸的性质,建立 了 ICP-AES 直接同时、快速测定铱化合物中 19 种 杂质元素,包括 Ag、Au、Pt、Pd、Rh、Ru、Al、Cu、Fe、 Ni、Pb、Mg、Mn、Sn、Zn、Ca、Na、K 和 Si。包含国家 产品标准 GB/T 1422—2004 铱粉、行业产品标准 YS/T 595—2006 氯铱酸、YS/T 643—2007 三氯化 铱、四氯化铱、氯铱酸铵中要求测定的杂质元素。实

表 5 加标回收试验结果

	Table 5 Results of recovery test							
元素	测定值	加标量	测定总值	回收率 Passana /				
Element	Found/	Added/	lotal found/	Recovery/				
	$(\mu g/mL)$	$(\mu g/mL)$	$(\mu g/mL)$	70				
Pt	0.352	0.203	0.566	105				
	0.001	1.02	1.46	109				
ЪJ	0 191	0.201	0.313	96				
Iu	0.121	1.01	1.08	96				
л	0.259	0.200	0.535	92				
Ku	0.352	0.998	1.24	89				
DI	0.140	0.201	0.344	97				
Kh	0.149	1.00	1.04	89				
	0.005	0.200	0.475	90				
Ag	0.295	1.00	1.19	89				
		0.202	0.374	99				
Au	0.175	1.01	1.11	93				
~		0.199	0.327	92				
Cu	0.144	0.993	1.05	91				
-		0.200	0.360	94				
Fe	0.171	1.00	1.08	91				
Zn		0.200	0.377	91				
	0.195	1.00	1.12	92				
		0.200	0.416	91				
Ni	0.234	1.00	1.12	92				
		0.201	0.370	97				
Mn	0.176	1.00	1.14	96				
		0.200	0.485	99				
Mg	0.286	1.00	1.28	98				
		0.199	0.332	98				
Al	0.137	0.99	1.10	94				
		0.200	0.429	114				
Са	0.211	1.00	1.20	106				
		0.200	0.422	96				
Sn	0.230	1.00	1.22	99				
		0.200	0.405	90				
Na	0.226	1.00	1.18	96				
Si		0.200	0.518	105				
	0.308	1.00	1.32	101				
		0.200	0.408	94				
Pb	0.220	1.00	1.12	90				
		0 202	0 977	96				
Κ	0.783	1.01	1.70	92				
			2V					

验表明:基体 Ir 的质量浓度在 1~15 mg/mL 范围 内,除了光谱干扰外,其他干扰效应的影响相对较 小,因此不需要使用 Ir 基体配制标准,大大降低 Ir 基体的消耗,节约了分析成本,方法具有较好的应用 前景。

参考文献:

- [1] 李光俐,徐光,何姣,等.多元光谱拟合 ICP-AES 法同时 测定铂中 22 个杂质元素[J].贵金属,2010,31(4):46-51.
 LI Guang-li,XU Guang,HE Jiao,et al.MSF for determination of 22 impurities in platinum by ICP-AES[J].Precious Metals,2010,31(4):46-51.
- [2] 李光俐,徐光,何姣,等.多元光谱拟合 ICP-AES 法同时 测定钯中 22 个杂质元素[J].贵金属,2012,33(2):52-58.
 LI Guang-li,XU Guang,HE Jiao,et al.MSF for determination of 22 impurities in palladium by ICP-AES[J].Precious Metals,2012,33(2):52-58.
- [3] 李光俐,甘建壮,马媛,等.多元光谱拟合校正电感耦合等 离子体原子发射光谱法测定铑粉中 19 种杂质元素[J]. 冶金分析,2014,4(5):35-40.

LI Guang-li, GAN Jian-zhuang, MA Yuan, et al. Determination of nineteen impurity elements in rhodium powder by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry with multi-component spectral fitting correction[J]. Metallurgical Analysis, 2014, 34(5): 35-40.

[4] 李光俐,何姣,周世平,等.ICP-MS法测定高纯铂中18个

痕量杂质元素[J].贵金属,2015,36(3):60-66.

LI Guang-li, HE Jiao, ZHOU Shi-ping, et al. Determination of 18 trace-impurities in high purity platinum by ICP-MS [J].Precious Metals, 2015, 36(3):60-66.

- [5] 李秋莹,甘建壮,李立新,等. ICP-MS 法测定高纯钯中 18 个痕量杂质元素[J].贵金属,2017,38(4):49-55.
 LI Qiu-ying,GAN Jian-zhuang,LI Li-xin, et al. Determination of 18 trace-impurities in high purity palladium by ICP-MS[J].Precious Metals,2017,38(4):49-55.
- [6] 徐锁平,杨萍,高志祥,等.ICP-AES 法测定铱化合物中杂 质成分[J].冶金分析,2003,23(2)20-23.
 XU Suo-ping, YANG Ping, GAO Zhi-xiang, et al. Determination of common impurity contents in iridic compound by ICP-AES[J].Metallurgical Analysis,2003,23(2):20-23.
- [7] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局,中国国家标准化管理委员会.YS/T 595—2006 氯铱酸[S].北京:中国标准出版社,2006.
- [8] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局,中国国家标准化管理委员会.YS/T 643-2007 水合三氯化铱[S]. 北京:中国标准出版社,2007.
- [9] 刘红,魏茹欣,李爱嫦,等.辉光放电质谱法测定铱及铱合 金中的 16 种杂质[J].分析试验室,2018,37(2):188-191.
 LIU Hong, WEI Ru-xin, LI Ai-chang, et al. Analysis for 16 elements in iridium alloys by glow discharge mass spectrometry[J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory, 2018,37(2):188-191.

Determination of nineteen impurity elements in iridium compounds by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry with multi-component spectral fitting correction

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

(State Key Laboratory of Advanced Technologies for Comprehensive Utilization of Platinum Metals, Sino-Platinum Metals Co., Ltd., Kunming Institute of Precious Metals, Kunming 650106, China)

Abstract: The accurate determination of impurity elements in iridium compound products was an important index to judge the production grade. The conventional determination method was spectrography. However, the accuracy of determination results was low for Ca, Si, Mg, Fe and Na, and the analytical period was long. Based on the property of iridium compounds that they were easily dissolved in water and acid, the samples were dissolved with hydrochloric acid. Then, the content of nineteen impurity elements (including Pt, Pd, Ru, Rh, Ag, Au, Cu, Fe, Zn, Ni, Mn, Mg, Al, Ca, Sn, Na, Si, Pb and K) in iridium compounds such as iridium trichloride, iridium tetrachloride, chloroiridic acid and ammonium chloroiridate

67 —

LI Qiu-ying, GAN Jian-zhuang, HE Jiao, et al. Determination of nineteen impurity elements in iridium compounds by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry with multi-component spectral fitting correction. Metallurgical Analysis, 2018, 38(9):63-68

was determined by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES). The spectral interference of matrix Ir with Pt and Sn was corrected by multi-component spectral fitting (MSF) correction. There was no interference among impurity elements. The detection limit (μ g/mL) of method was as follows: 0.078 (Pt), 0.0080 (Pd), 0.014 (Ru), 0.031 (Rh), 0.0029 (Ag), 0.016 (Au), 0.0035 (Cu), 0.012 (Fe), 0.014 (Zn), 0.0098 (Ni), 0.0010 (Mn), 0.0022 (Mg), 0.0016 (Al), 0.021 (Ca), 0.057 (Sn), 0.020 (Na), 0.11 (Si), 0.014 (Pb) and 0.0083 (K). Nineteen impurity elements (Pt, Pd, Ru, Rh, Ag, Au, Cu, Fe, Zn, Ni, Mn, Mg, Al, Ca, Sn, Na, Si, Pb and K) in chloroiridic acid were determined according to the proposed method. The relative standard deviations (RSD, n=9) of results were between 1.2% and 7.4%, and the spiked recoveries were between 89% and 114%.

Key words: inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES); multi-component spectral fitting (MSF); iridium compound; impurity element

关于召开 2018 年全国金属材料光谱分析技术交流会的通知 (第一轮通知)

为了提高我国铸造企业光谱分析应用技术水平,解决光谱分析过程存在的共性技术难题,如铸铁中 C、 S、N 等气体元素及微量元素准确确测试;钢铁中 O、N 的光谱分析,金属材料光谱标准样品应用及铸铁光谱 试样制备技术等。宣传推广光谱分析技术新成果及新型光谱仪器设备。给全国广大光谱分析技术人员创造 一次能够相互交流学习提高的机会。拟于 2018 金秋季节在陕西省兴平市举办 2018 全国金属材料光谱分析 技术交流会,会议规模计划控制在 150-200 人,会议日程 2 天,本次会议由中国机械工程学会理化检验分 会、陕西省机械工程学会理化检验分会联合主办,由中国船舶重工集团公司第十二研究所标准物质及理化检 测中心承办。

现向全国广大铸造企业光谱分析技术人员、光谱分析设备厂家研发人员征集光谱分析技术交流论文,会议将印制 2018 年全国金属材料光谱分析技术交流会论文集。论文截稿日期:2018 年 9 月 30 日。

论文主题:

(1) 铸铁、铸钢、铝合金、铜合金、钛合金等火花直读光谱分析应用技术;

(2) 电感耦合等离子体光谱分析应用技术;

- (3) X-射线荧光光谱分析应用技术;
- (4) 金属材料光谱分析标准样品研制及应用技术;
- (5) 光谱分析试样制备技术;
- (6) 其它光谱分析新技术、新设备、新方法;

(7)光谱仪与碳硅分析仪、红外碳硫分析仪比对试验;

(8) 光谱分析方法有关国家及行业标准应用技术研讨等。

届时将有国内光谱分析权威专家做专题报告,国内外知名品牌的光谱分析设备厂家做最新光谱仪发展 技术推介,敬请广大光谱分析技术人员踊跃投稿、参会。

投稿邮箱:zhaojy6618@163.com;403675217@qq.com 联系人:赵教育:联系电话:02938316053 13309107180

中国机械工程学会理化检验分会 陕西省机械工程学会理化检验分会

中国船舶重工集团公司第十二研究所

2018-7-10