

ICPE-9820 测定铂金材料中常量元素

ICP-116

摘要：本文参考国家标准《GB/T 28021-2011 饰品 有害元素的测定 光谱法》，采用 ICPE-9820 测定了铂饰品国家标准物质中常量元素。实验结果表明，该方法样品检测结果 RSD 值 <1 %，稀释系数 95.5~104.7%，可满足铂金材料中常量元素检测。

关键词：铂饰品 ICP-AES 常量元素

随着贵金属首饰业的蓬勃发展，首饰的花样品种款式层出不穷，成分变化越来越复杂，检验难度也越来越大，传统的检验贵金属饰品的方法远远不能满足市场的需要。当今，国内外发展了多种先进的贵金属首饰检测技术，如 X 荧光光谱分析、电子探针、扫描电镜、激光光谱等。

电感耦合等离子体原子发射光谱 (ICP-AES) 是一种广泛应用的元素分析技术，本文参考国家标准《GB/T 28021-2011 饰品 有害元素的测定 光谱法》，利用全谱型 ICP-AES，采用内标法直接进样，测定了铂金材料中常量元素。

实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPE-9820 全谱型电感耦合等离子体发射光谱仪

1.2 实验器皿及试剂

实验所用玻璃器皿均用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用 HNO₃、HCl 试剂优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品的前处理

精确称取 0.1 g 试样于聚四氟乙烯内罐中，加入 10 mL 50% 王水 (HNO₃:HCl=1:3) 溶液，密封置于微波消解仪，190℃下保持 20 分钟。冷却后，用纯水转移样液于 100 mL 容量瓶中，加入内标 10 mg/L Sb，以及 1 mg/L Y 作为内标，用纯水定容。

标准曲线配制方法：按照表 2，配制各元素标准溶液，加入内标 10 mg/L Sb，以及 1 mg/L Y 作为内标，并用 5% 王水定容。

1.4 仪器参数

仪器工作条件如表 1 所示。

表1 仪器工作条件

观测方向	雾化器类型	矩管类型	雾化室	辅助气流速 (L/min)	等离子气流速 (L/min)	载气流速 (L/min)	高频频率 (MHz)	高频输出功率 (kW)
纵向	同心	Mini	旋流	0.6	10	0.7	27.12	1.2



图1 ICPE-9820

结果讨论

2.1 标准曲线配制

按照 1.3 所述方法，配制标准溶液，详细浓度如表 2。

表2 各元素标准曲线浓度(已换算成%)

元素	内标元素	标准曲线浓度(%)				
		Blank	STD1	STD2	STD3	STD4
Au	Sb 217.581 nm	0	0.5	1	2	-
Co	-	0	0.5	1	2	5
Cu	-	0	0.5	-	2	5
Ir	-	0	0.5	1	-	-
Pd	Y 224.306 nm	0	5	2	-	0.5
Rh	-	0	-	2	4	1
Ru	Y 224.306 nm	0	4	2	-	1

2.2 元素的标准曲线

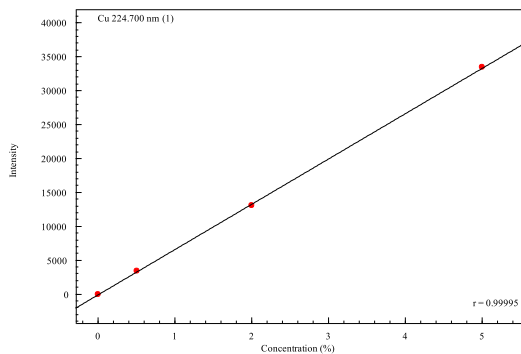


图2 Cu标准曲线

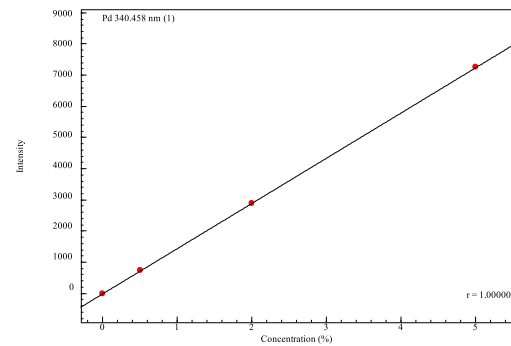


图3 Pd标准曲线

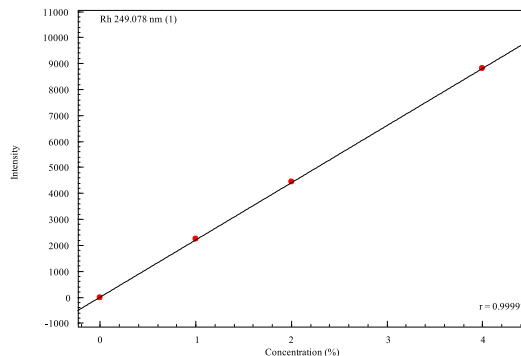


图4 Rh标准曲线

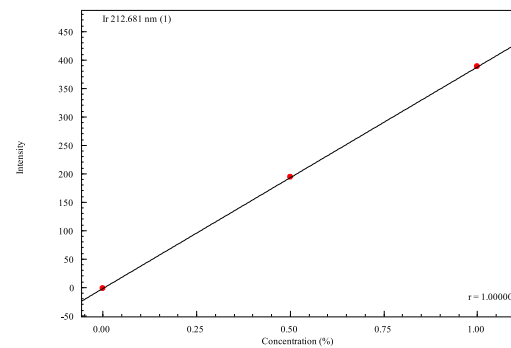


图5 Ir标准曲线

计算公式: $\text{Conc.} = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$
 系数: a = 0.0000000 c = 4.544094e-004 权重: 无
 b = 0.0000000 d = -0.0125340 零截距: 无
 检出限(3σ) = 5.647806e-004 定量下限(10σ) = 0.0018826

计算公式: $\text{Conc.} = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$
 系数: a = 0.0000000 c = 0.0025680 权重: 无
 b = 0.0000000 d = 0.0023774 零截距: 无
 检出限(3σ) = 0.0015231 定量下限(10σ) = 0.0050770

2.3 元素谱峰轮廓图

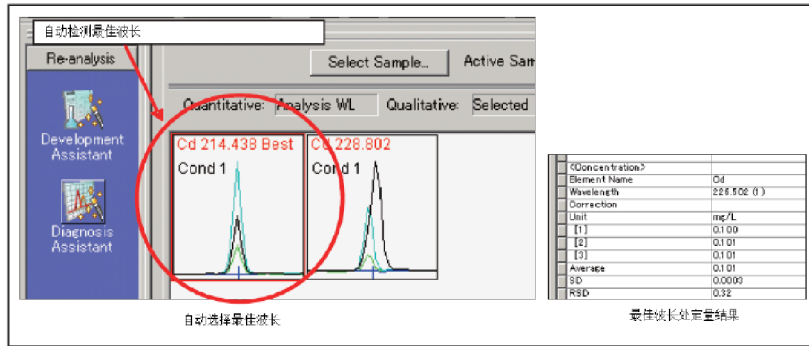


图6 ICPsolution软件“自动选择最佳波长”功能示意图

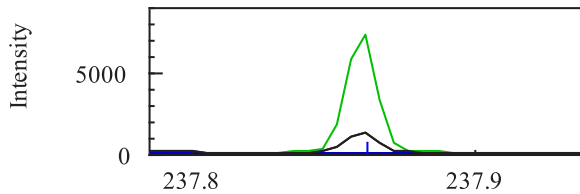


图7 Co谱峰轮廓图

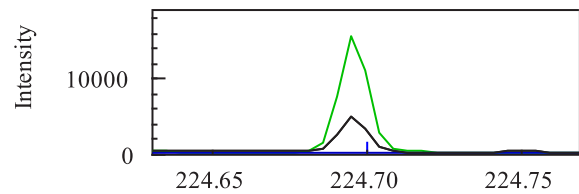


图8 Cu谱峰轮廓图

Ir 212.681 Best
条件1

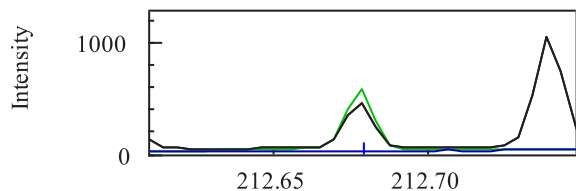


图9 Ir谱峰轮廓图

Rh 249.078 Best
条件1

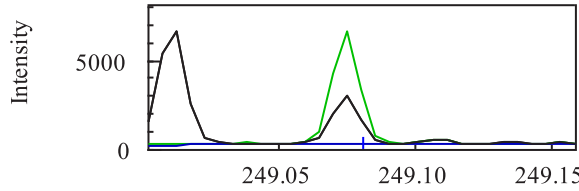


图10 Rh谱峰轮廓图

利用 ICPE-9820, 对三种铂金饰品国家标准物质进行测定, 同时对样品空白的分析元素进行 10 次测定, 取 3 倍的空白标准偏差所对应的浓度即为各元素的检出限, 结果见表 3。

为考察基体干扰以及方法可靠性, 根据 EPA(美国环境保护署)方法中对高含量元素干扰情况的判别方法, 把样品稀释 10 倍, 再进行测定, 并与原样品测定结果进行比较, 根据稀释试验系数, 验证样品基体对常量元素的干扰影响。

$$\text{稀释试验系数} = A \times C / B \times 100$$

原样品测定结果: A; 样品稀释后测定结果: B; 稀释因子: C (此样品为 10)

表1 国家标准物质测定结果、稀释试验系数结果

标准样品	元素 波长(nm)	Au 267.595	Cu 224.700	Ir 212.681	Co 237.862	Pd 340.458	Rh 249.078	Ru 267.876
1	标准值(%)		0.525±0.01			0.52±0.009		
	测定结果(%)	-	0.527	-	-	0.527	-	-
	RSD, %	-	0.23	-	-	0.51	-	-
	稀释10倍							
	测定结果(%)	-	0.526	-	-	0.503	-	-
	稀释试验系数	-	100.2	-	-	104.7	-	-
4	标准值(%)				0.523±0.015	4.54±0.03		
	测定结果(%)	-	-	-	0.536	4.51	-	-
	RSD, %	-	-	-	0.27	0.39	-	-
	稀释10倍							
	测定结果(%)	-	-	-	0.56	4.63	-	-
	稀释试验系数	-	-	-	95.7	97.4	-	-
6	标准值(%)	0.553±0.008	2.54±0.02	0.799±0.009			0.877±0.028	1.91±0.03
	测定结果(%)	0.556	2.55	0.807	-	-	0.897	1.89
	RSD, %	0.35	0.41	0.51	-	-	0.12	0.32
	稀释10倍							
	测定结果(%)	0.544	2.56	0.824	-	-	0.894	1.98
	稀释试验系数	102.2	99.6	97.9	-	-	100.3	95.5

结论

本文利用 ICPE-9820, 采用内标校正法测定了市场上三种铂首饰国家标准物质样品中多元素含量。此方法中, 样品检测结果 RSD 值 <1%, 稀释试验系数 95.5~104.7%, 此方法可同时满足铂金材料中常量元素检测。