

矿石中痕量铂族元素 (PGE) 的测定

摘要

本方案参考《岩矿测试》建立了一种利用 Ultra WAVE 超级微波消解仪前处理，莱伯泰科 LabMS 3000 电感耦合等离子体质谱仪测定矿石中痕量铂族元素的分析方法。实现了高温高压密闭条件下快速消解溶出，克服了传统试金法其固有的试剂消耗量大，空白值高，操作繁琐，流程长等缺点。电感耦合等离子质谱 (ICP-MS) 法具有灵敏度高、检出限低、线性动态范围宽和可以进行多元素同时测定及同位素分析等优点，通过干扰消除，内标校正等手段，经国家一级标准物质分析验证，测定值与标准值吻合，结果准确可靠。是一种具有广阔前景的痕量 (超痕量) 无机多元素分析技术，在铂族元素分析中得到了广泛应用。

关键词:

矿石 铂族元素 超级微波消解仪 电感耦合等离子体质谱仪

1. 仪器设备

subCLEAN 高纯酸制备系统, Milestone;

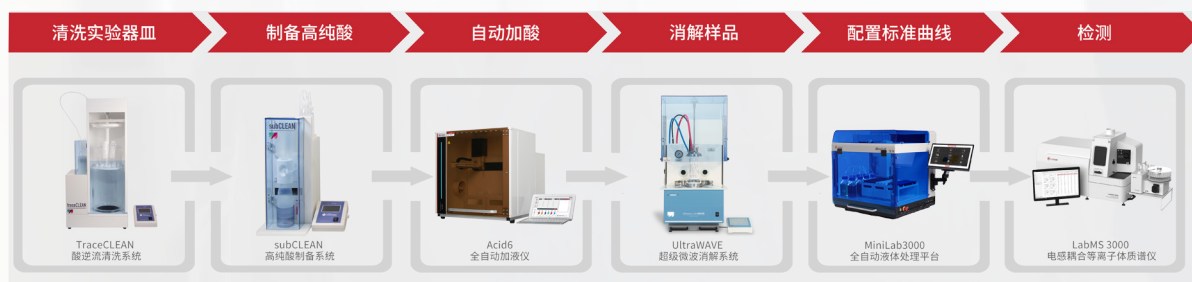
TraceCLEAN 酸逆流清洗系统, Milestone;

Acid6 全自动加液仪, 莱伯泰科;

MiniLab3000 液体处理平台, 莱伯泰科;

UltraWAVE 超级微波消解系统, Milestone;

LabMS 3000 ICP - MS, 莱伯泰科;



2. 标准溶液配制

采用 MiniLab3000 液体处理平台自动配置 Ru、Rh、Pd、Os、Ir、Pt 等 6 种元素标准系列点: 0.00、0.05、0.10、0.50、1.00、5.00ug/L 的工作曲线。

3. 样品前处理

3.1 把待纯化的酸导入 subCLEAN 高纯酸制备系统中，运行相应程序，得到纯化好的酸。将需要清洗的消解罐放入到 TraceCLEAN 酸逆流清洗系统中，运行相应程序，待程序运行结束，将清洗好的罐体拿出，用纯水冲洗晾干待用。

3.2 称取 0.5 ± 0.01 g 样品放到消解罐中，加入硝酸，盐酸，氢氟酸，盖上盖子，运行微波程序：

表 1 微波程序

步骤	时间	温度	功率
Step1	10min	180°C	1500W
Step2	10min	180°C	1500W
Step3	10min	260°C	1500W
Step4	30min	260°C	1500W

3.3 按照设定的程序运行完毕，待罐体冷却后取出，放置到赶酸器 160°C 进行赶酸，然后用超纯水定容至 10mL，摇匀后静置待测，采用相同的方法制备全流程样品空白。

4. ICP-MS 仪器条件

表 2 质谱仪条件

仪器参数	设定值	仪器参数	设定值
RF 功率 (W)	1350	碰撞气流速 (L/min)	3.5
等离子体气流量 (L/min)	13.5	泵速 (rpm)	40
辅助气流量 (L/min)	0.80	雾化器 / 雾化室类型	高盐 / 旋流雾室
载气流速 (L/min)	0.95	采样锥 / 截取锥材质	铂

5. 结论

5.1 标准曲线

用 MiniLab 3000 液体处理平台配置的标准曲线，曲线方程及线性相关系数见表 3。

表 3 6 种目标物校准曲线

序号	目标物	校准方程	r
1	Ru	$y=0.178x$	0.9998
2	Rh	$y=0.561x$	0.9997
3	Pd	$y=0.08x$	0.9999
4	Os	$y=0.412x$	0.9998
5	Ir	$y=0.599x$	0.9996
6	Pt	$y=0.227x$	0.9998

5.2 准确性、精密度

通过超级微波消解，电感耦合等离子体质谱仪检测岩石标准样品 GBW07291 和 GBW07293 中痕量的铂族元素，各元素的回收率为 83.5% ~ 118.6%，RSD 为 2.1% ~ 8.3%。

6. 方案特点

本方案采用酸纯化仪和酸清洗仪处理相关试剂容器，可有效降低试剂空白和罐体交叉污染，超级微波消解仪实现了短时间内采用高温高压密闭条件下消解岩石样品的能力，用酸量少，时间短，效率高，消解液采用 LabMS 3000 电感耦合等离子体测试，可专门为铂族元素优化出仪器的最佳参数，耐高盐的标准配置可以轻松应对岩石等复杂基体，仪器使用方法简便、操作灵活，适用于地矿土壤样品中痕量铂族元素的检测分析。

参考文献：1，中国地质学会岩矿测试专业委员会联合国家地质实验测试中心主办. 岩矿测试 [M]. 北京：地质出版社，2012：3-31

2，电感耦合等离子体质谱在铂族元素分析中的应用，袁倬斌，吕元琦，张裕平，尹明

(1. 中国科学院研究生院，北京 100039;2. 国家地质实验测试中心，北京 100037)

售后服务热线

400-070-8778

北京莱伯泰科仪器股份有限公司
地址:北京顺义天竺空港工业区B区安庆大街6号
邮编: 101312
电话: 010-80486450, 1, 2, 3, 4
传真: 010-80486354
www.labtechgroup.com



莱伯泰科公众号