

ICPS-7510 测定金属钹中的稀土杂质元素

ICP-040

摘要：金属钹样品经酸消解后直接用电感耦合等离子体发射光谱 (ICP-AES) 测定其中镧、铈、钇、铈等 15 种稀土杂质元素含量。本文在优化仪器的工作条件下，通过基体匹配，有效消除了基体干扰的影响。方法简便、快速，可满足工业分析要求。回收率在 90.2% ~ 108.2% 范围内，相对标准偏差 <3%(n=3)，溶液检出限均 <0.15 mg/L。

关键词：ICP-AES 稀土 钹 杂质元素

稀土广泛应用于汽车，电子等行业，特别是在抛光，催化，磁性材料方面的增长也是非常突出。金属钹是制备铁钹硼磁铁等磁性材料的重要原材料。其稀土杂质的含量对产品磁性能有很大的影响。根据生产工艺要求，要对原材料金属钹等原材料中其它稀土元素进行分析。所以建立金属钹中的稀土杂质元素的分析方法具有重要的实际意义。电感耦合等离子发射光谱法可以简便、快

速地进行多元素测定。在 ICP 分析中，稀土元素的谱线很多，尤其是钹，有上千条谱线。稀土样品的测试，谱线相互间干扰较严重，所以对于 ICP-AES 的仪器分辨率要求很高。

本文利用硝酸溶解样品，采用基体匹配法，利用岛津高分辨率顺序扫描型 ICPS-7510 进行测定。

实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPS-7510 电感耦合等离子体发射光谱仪

1.2 分析条件

观测方向	雾化器类型*	炬管类型	雾化室	辅助气 (L/min)	等离子体气 (L/min)	载气 (L/min)	高频频率 (MHz)	高频输出功率 (kW)
纵向	同心	标准	旋流	1.2	14.0	0.7	27.12	1.2

扫描方式：岛津 ICPS 系列产品设计不同的扫描模式对应不同程度的光谱干扰。对于光谱干扰比较小的样品分析，通常采用“Peak Search”扫描模式，在较宽的范围内在所选波长附近进行信号采集；对于光谱干扰比较严重的分析，可以采用“Direct”扫描模式，在更小的范围内在所选波长附近进行信号采集，把光谱干扰排除在外；而对于光谱干扰更严重的情况，通常采用“Fix”模式，光栅在所选波长下固定，采集单点光谱信号，这样可以最大程度地排除相近的光谱干扰。

在本文中，对于 Y, Ce, Pr, Eu, Gd, Tm, Yb, Lu 等元素，采用“Direct”模式进行分析；而对于 Sc, La, Tb, Dy, Ho, Er, Sm 等元素，Nd 的光谱干扰非常严重，故采用“Fix”模式进行分析。

1.3 实验试剂

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 HCl 试剂为电子级试剂，实验用水为超纯去离子水。

高纯氧化钹 (基体匹配用)：质量分数大于 99.999%

1.3 样品前处理

准确称取 0.50 g 样品，在 10 mL (1:1) 盐酸溶液中溶解，纯水定容到 100 mL，待测。

结果与讨论

2.1 标准曲线

利用高纯高纯氧化钽 (>99.999%)，用基体匹配的方法，充分考虑各元素灵敏度，按照表 1，将各稀土元素标准溶液，配制标准曲线。

表 1 各元素标准溶液 (mg/L)

元素	STD1	STD2	STD3	STD4
Dy	0	1	5	25
Ce	0	1	5	25
Pr	0	1	5	25
Sm	0	0.4	2	10
Tm	0	0.4	2	10
Tb	0	0.4	2	10
Sc	0	0.04	0.2	1
Gd	0	0.2	1	5
Ho	0	0.2	1	5
Er	0	0.1	0.5	2.5
La	0	0.1	0.5	2.5
Yb	0	0.04	0.2	1
Lu	0	0.04	0.2	1
Y	0	0.04	0.2	1
Eu	0	0.04	0.2	1

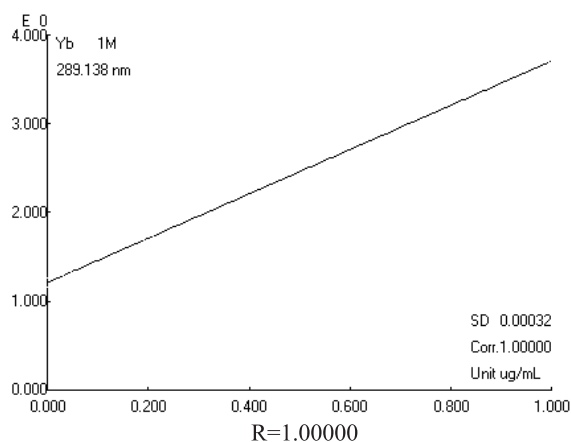


图 2 Yb 的标准曲线

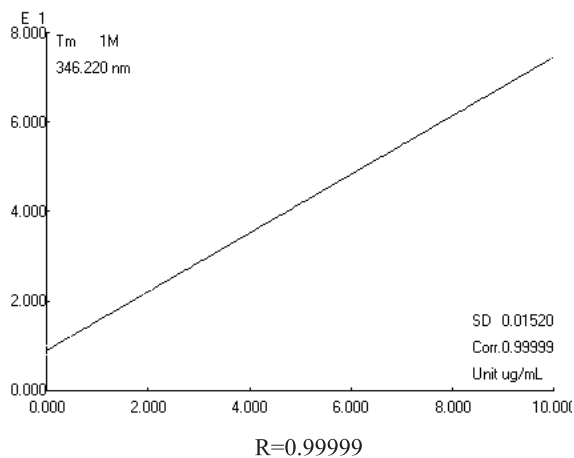


图 3 Tm 的标准曲线

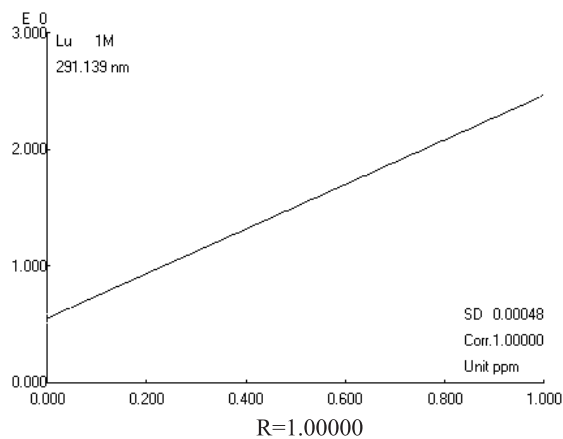


图 1 Lu 的标准曲线

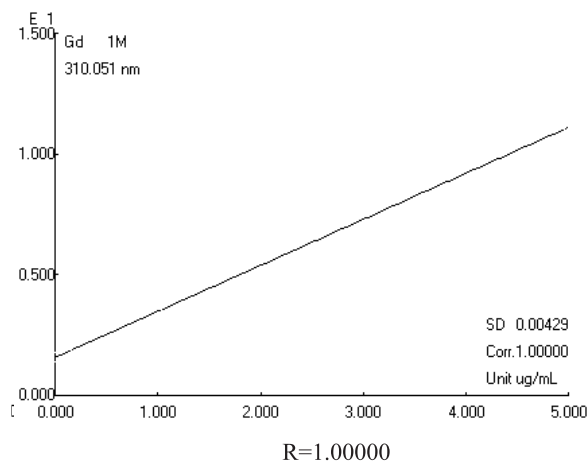


图 4 Gd 的标准曲线

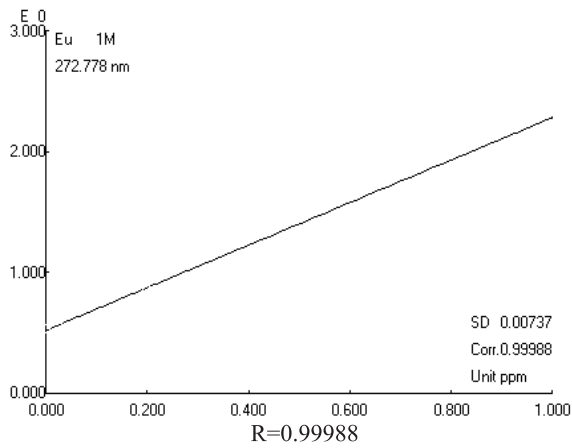


图 5Eu 的标准曲线

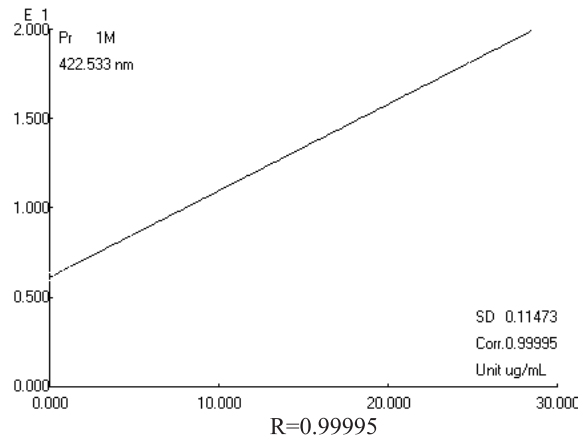


图 6Pr 的标准曲线

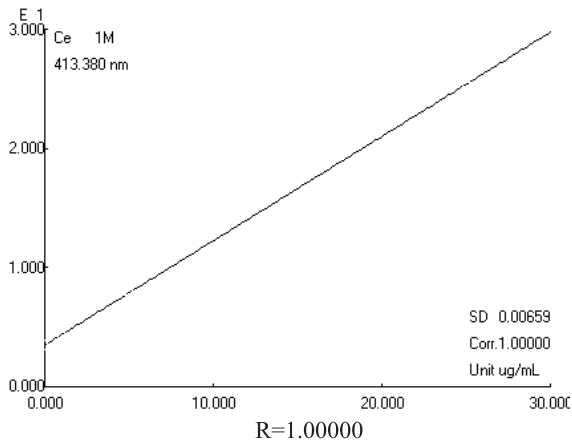


图 7Ce 的标准曲线

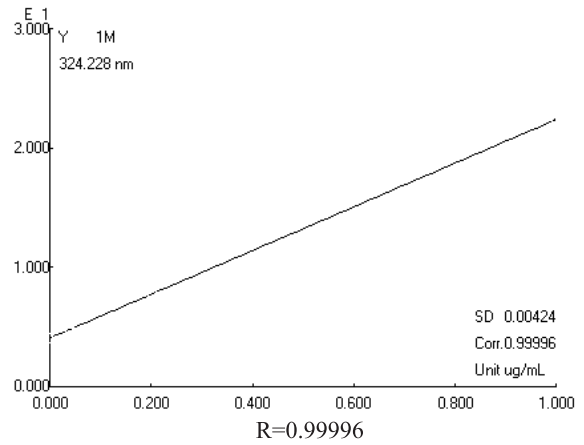


图 8Y 的标准曲线

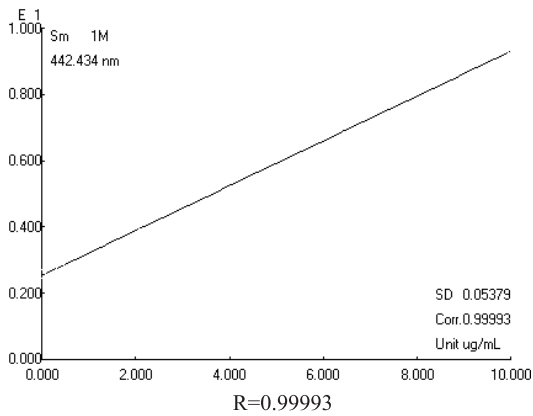


图 9Sm 的标准曲线

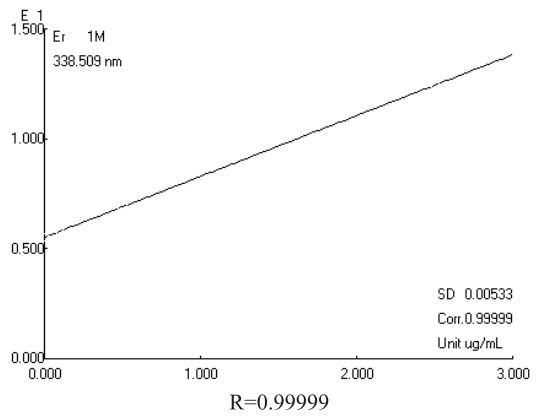


图 10Er 的标准曲线

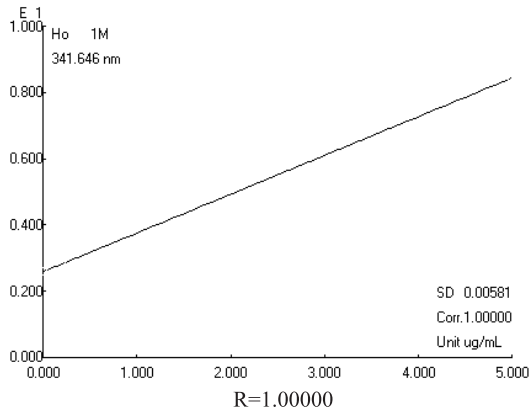


图 11Ho 的标准曲线

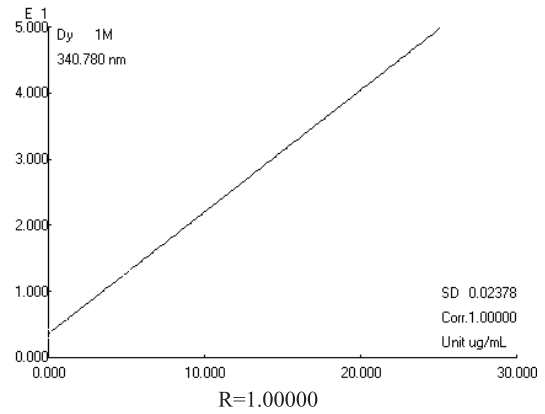


图 12Dy 的标准曲线

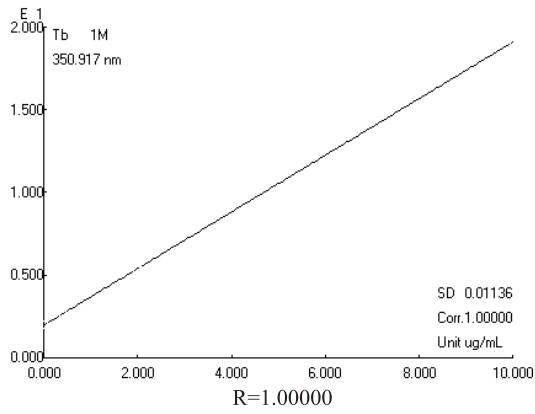


图 13Tb 的标准曲线

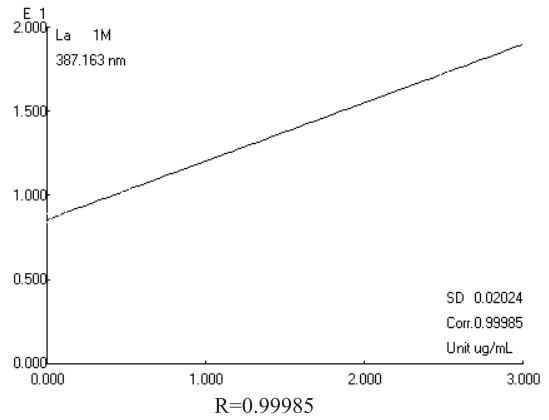


图 14La 的标准曲线

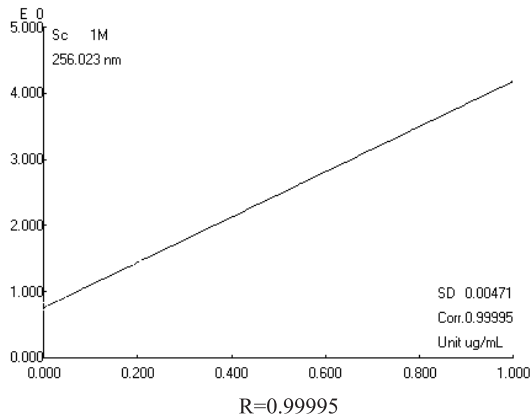


图 15Sc 的标准曲线

2.2 样品测试结果及精密度

表 1 样品测试结果及精密度(n=3)

元素	分析波长 (nm)	样品含量 (%)	RSD (%)	元素	分析波长 (nm)	样品含量 (%)	RSD (%)
Sc	256.023	N.D	--	Y	324.228	N.D	--
La	387.163	N.D	--	Ce	413.380	N.D	--
Tb	350.917	N.D	--	Eu	272.278	N.D	--
Dy	340.780	0.0059	2.3	Gd	310.051	0.0044	0.92
Ho	341.646	N.D	--	Tm	346.220	N.D	--
Er	338.509	N.D	--	Yb	289.138	N.D	--
Pr	422.533	0.066	1.6	Lu	291.139	N.D	--
Sm	442.434	N.D	2.4				

N.D: 未检出

2.3 仪器检测限及回收率

对试剂空白样品进行 10 次测定, 取 3 倍的标准偏差除以标准曲线斜率即为各元素的检出限, 其结果见表 3。准确称量 0.5 g 样品, 按照表 4 的加标量加入标准溶液后, 按照与样品同样的步骤前处理, 最终定容到 100 mL, 进行加标回收实验。各元素的回收率结果见表 4。

表 3 各元素检出限(mg/L)

元素	Y	Ce	Pr	Eu	Gd	Tm	Yb	Lu
检出限	0.0024	0.056	0.14	0.0018	0.0030	0.020	0.0040	0.00045
元素	Sc	La	Tb	Dy	Ho	Er	Sm	
检出限	0.028	0.020	0.049	0.017	0.024	0.030	0.16	

表 4 加标回收率结果

元素	测定值 (mg/L)	加标量 (mg/L)	加标后 测定值 (mg/L)	回收率 (%)	元素	测定值 (mg/L)	加标量 (mg/L)	加标后 测定值 (mg/L)	回收率 (%)
Sc	0.0050	0.04	0.0452	100.6	Y	0.0089	0.04	0.0495	101.5
La	0.0035	1.0	1.01	100.7	Ce	0.112	1.0	1.19368	108.2
Tb	0.022	0.4	0.425	100.6	Eu	0.0011	0.04	0.0428	107.1
Dy	0.295	1.0	1.329	103.4	Gd	0.220	0.2	0.403	91.5
Ho	0.00033	0.2	0.204	102.1	Tm	0.036922	0.4	0.426	97.4
Er	0.062	1.0	1.076	101.4	Yb	0.019	0.4	0.425	101.6
Pr	3.2968	1.0	4.198	90.2	Lu	0.0054	0.4	0.426	105.1
Sm	0.046	4	4.204	104.0					

■ 结论

实验结果表明，在本方法所采用的分析条件下，样品经过简单前处理即可对金属钨中的杂质元素进行准确定量。本方法有较低的检出限，各待测添加回收率在 90.2% ~ 108.2% 之间，可以满足生产过程中原料与产品质量控制的要求，是稀土行业中分析稀土元素的一种有效的方法。