

ICPE-9000 氢氟酸进样系统直接测定氧化锆中多种杂质元素

ICP-041

摘要：本文参考《YST568.8-2008 氧化锆电感耦合等离子体发射光谱法》，采用全谱型电感耦合等离子体发射光谱 ICPE-9000 氢氟酸进样系统，直接测定氧化锆标准物质中的多元素含量。实验结果表明，测定元素线性关系及重复性良好，定量准确，该方法检出限在 0.0003 ~ 0.28 mg/L，线性相关系数大于 0.99915，RSD 在 1.30% ~ 4.92%。该方法具有快速简便，省时省力，不需要赶氢氟酸，采用微波消解后直接进样测定，可满足氧化锆中多元素杂质含量的工业分析要求。

关键词： ICPE-9000 氢氟酸进样系统 直接测定 氧化锆 杂质元素

氧化锆作为一种性能优良的功能材料和结构材料，具有熔点高，耐磨损、耐腐蚀等特点，广泛应用于航空航天、原子能和光纤通讯等技术领域。研究表明，陶瓷的性能和应用与其杂质含量密切相关。随着高新技术和核电发展的需要，氧化锆的应用越来越广泛，需求量越来越大。

氧化锆的品质和性能与化学成分密切相关。因此，建立简便、准确的氧化锆中的杂质元素测定方法有一定的实际应用意义。本文参考《YST568.8-2008 氧化锆电感耦合等离子体发射光谱法》，建立了对氧化锆样品中 11 种杂质元素的测定方法，并获得了较满意的分析结果。

实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPE-9000 全谱发射光谱仪(氢氟酸进样系统)

1.2 实验器皿及试剂

实验所用塑料容量瓶均用 30% 硝酸溶液浸泡 24 小时后，使用去离子水反复冲洗后备用；实验所用 HNO₃ 和 HF 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

称量 0.3 g 氧化锆样品于聚四氟乙烯消解罐中，然后加入 2 mL 硝酸和 6 mL 氢氟酸，设置升温程序进行微波消解。微波消解完成后，冷却至室温，转移至 100 mL 塑料容量瓶中，去离子水定容至刻度，待测。同法制备空白。

结果与讨论

2.1 仪器参数和分析线的选择

100 mL 塑料容量瓶中加入 2 mL 硝酸和 2 mL 氢氟酸，根据表 1 配制 Al、Ca、Fe、Mg、Mn、Mo、Ni、Si、Ti、V 和 Zn 的混合标准溶液，去离子水定容至刻度，混匀。

表 1 各元素标准曲线浓度

元素	标准曲线浓度 (mg/L)			
	STD1	STD2	STD3	STD4
Al	0	0.5	1.0	10
Ca	0	0.5	1.0	10
Fe	0	0.5	1.0	10
Mg	0	0.5	1.0	10
Mn	0	0.5	1.0	10
Mo	0	0.5	1.0	10
Ni	0	0.5	1.0	10
Si	0	0.5	1.0	10
Ti	0	0.5	1.0	10
V	0	0.5	1.0	10
Zn	0	0.5	1.0	10

仪器稳定后，按表 2 仪器工作条件，标准曲线法计算结果。

表 2 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	氢氟酸	双筒	1.4	20	0.7	27.12	1.4

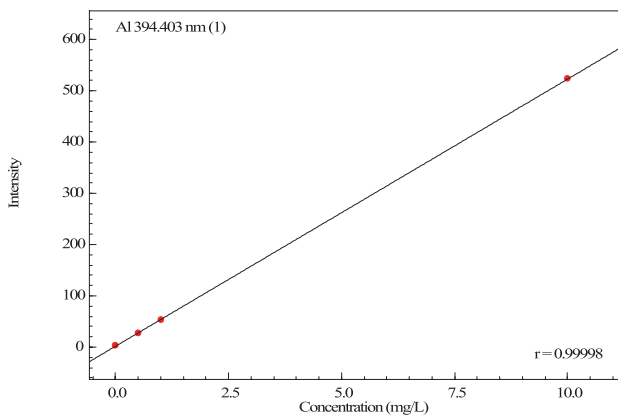
参考《YST568.8-2008 氧化钨电感耦合等离子体发射光谱法》标准推荐谱线，选择灵敏度能够满足测定要求且干扰少的谱线。各测定元素的分析谱线，见表 3。

表 3 各元素的分析线

元素	分析线 (nm)	元素	分析线 (nm)
Al	394.403	Ni	221.647
Ca	396.847	Si	251.611
Fe	259.940	Ti	334.941
Mg	279.553	V	309.311
Mn	259.373	Zn	202.548
Mo	202.030		

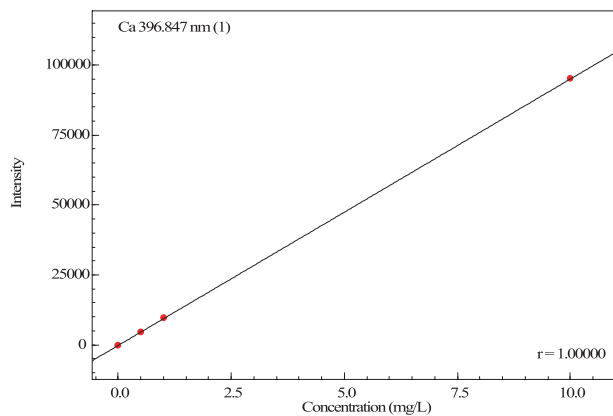
2.2 标准曲线

各元素的标准曲线如下：



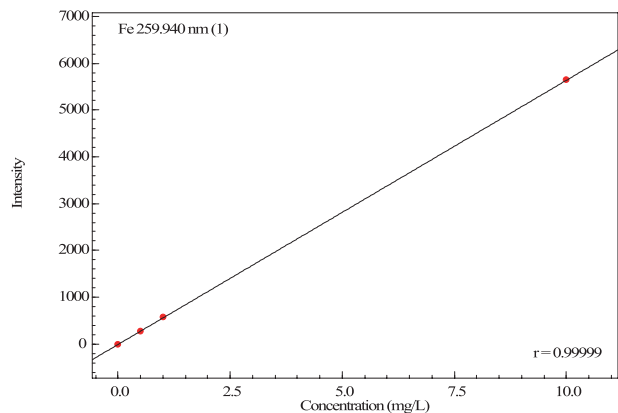
R=0.99998

图 1 铝的标准曲线



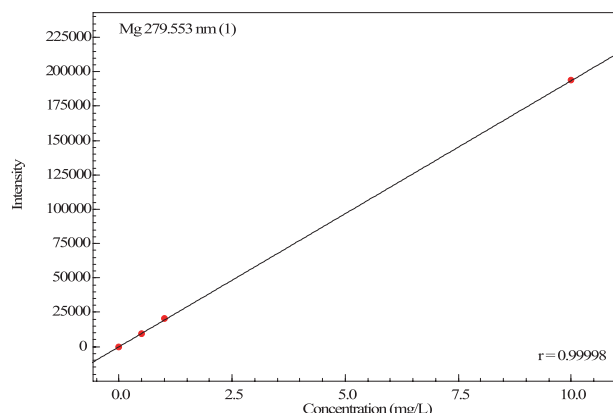
R=1.00000

图 2 钙的标准曲线



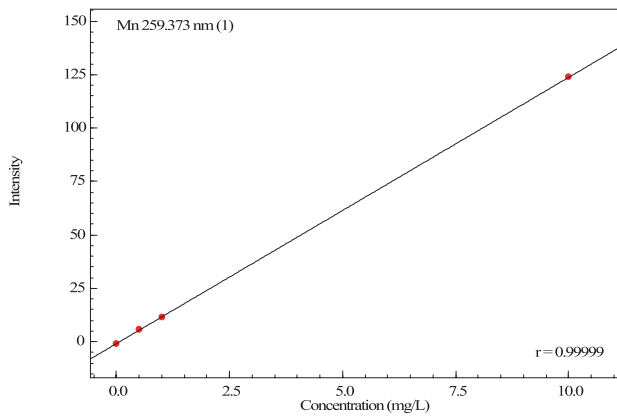
R=0.99999

图 3 铁的标准曲线



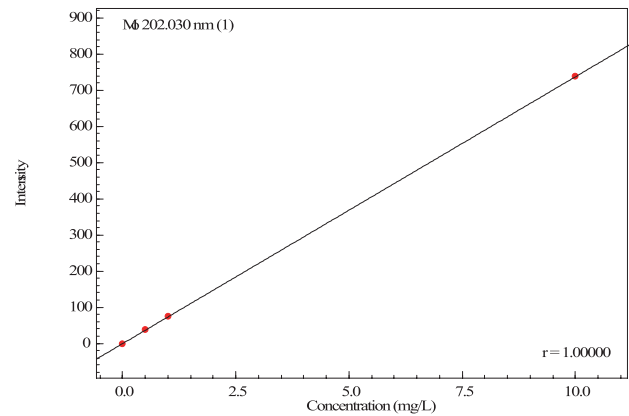
R=0.99998

图 4 镁的标准曲线



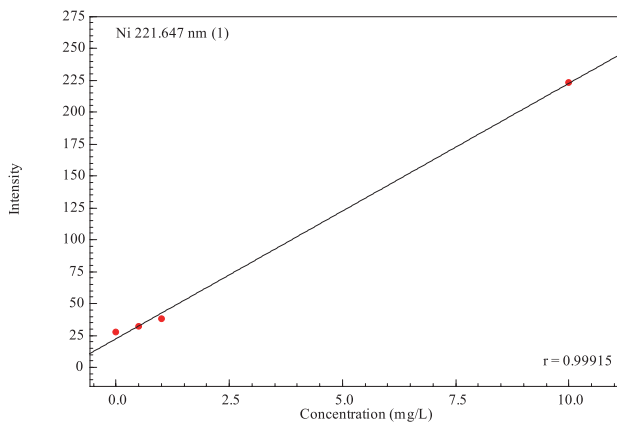
R=0.99999

图 5 锰的标准曲线



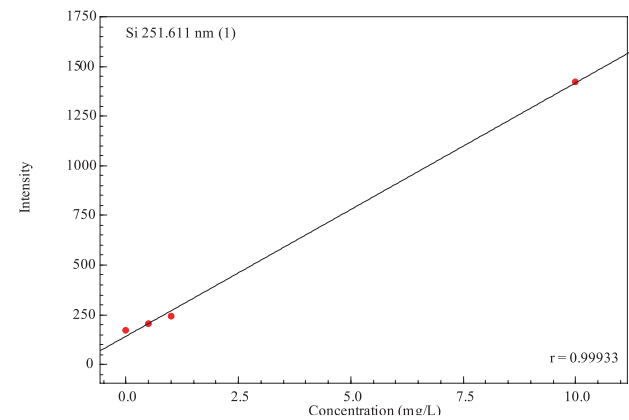
R=1.00000

图 6 铅的标准曲线



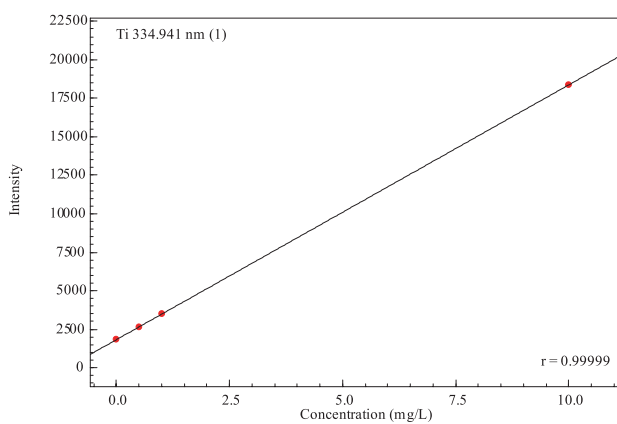
R=0.99915

图 7 镍的标准曲线



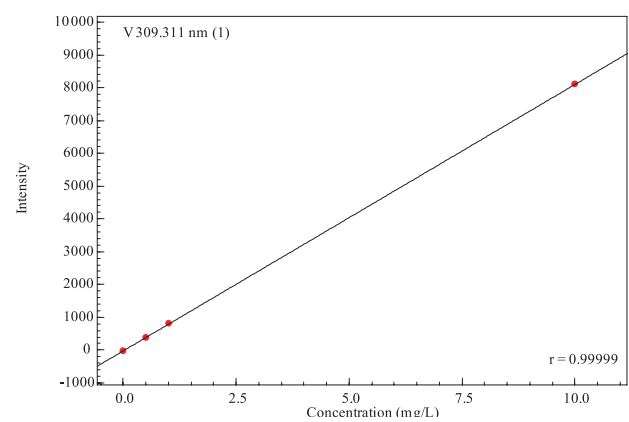
R=0.99933

图 8 硅的标准曲线



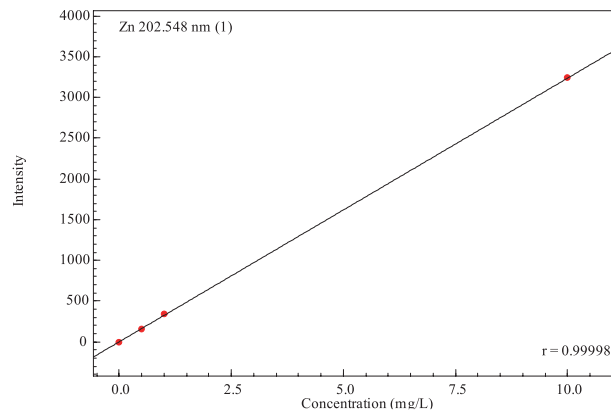
R=0.99999

图 9 钛的标准曲线



R=0.99999

图 10 钒的标准曲线



R=0.99998

图 11 锌的标准曲线

2.3 部分元素谱峰轮廓图

Ca 396.847 Best
条件1

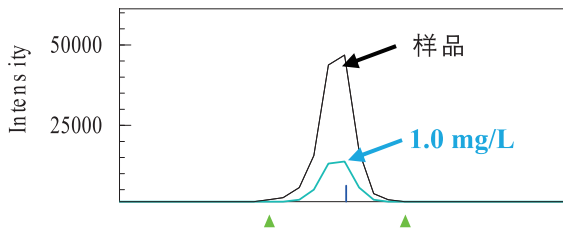


图 12 钙元素谱峰轮廓

Fe 259.940 Best
条件1

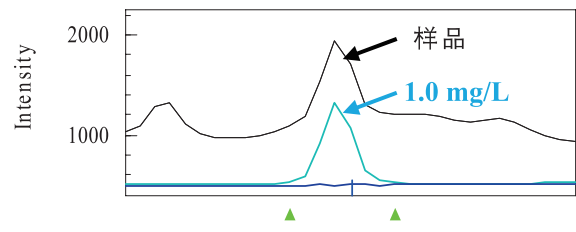


图 13 铁元素谱峰轮廓

Mg 279.553 Best
条件1

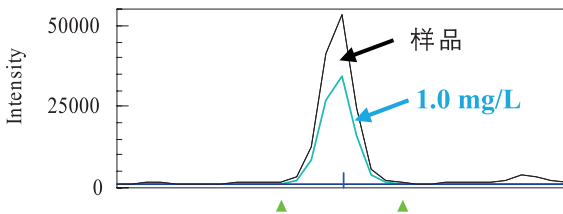


图 14 镁元素谱峰轮廓

Mn 259.373 Best
条件1

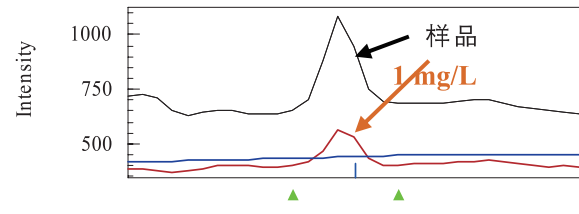


图 16 锰元素谱峰轮廓

Si 251.611 Best
条件1

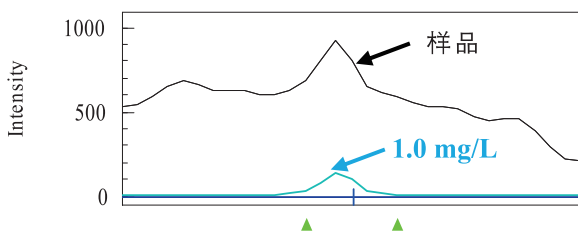


图 17 硅元素谱峰轮廓

Zn 202.548 Best
条件1

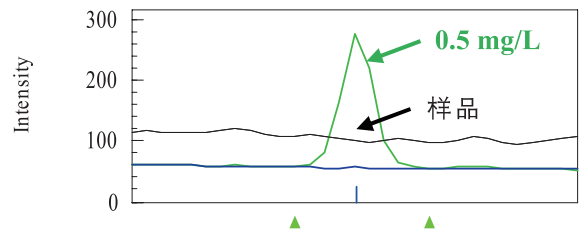


图 18 锌元素谱峰轮廓

2.4 方法的检出限

对空白标准溶液的分析元素进行 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，其结果见表 4。

表 4 检出限及精密度(mg/L)

元素名称	Al	Ca	Fe	Mg	Mn	Mo
检出限	0.067	0.0003	0.005	0.0002	0.32	0.02
元素名称	Ni	Si	Ti	V	Zn	
检出限	0.28	0.24	0.005	0.006	0.004	

2.5 测定结果及标准品含量值

GBW06602 二氧化锆标准物质的标准值和不确定度，见表 5。按实验方法对二氧化锆标准样品进行分析，分析结果见表 6。

表 5 二氧化锆标准物质的标准值和不确定度

标准物质 编号	项目	化学组分(%)					
		ZrO ₂ *	SiO ₂	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	CaO	MgO
GBW06602	标准值	99.48	0.11	0.054	0.009	0.17	0.093
	不确定度	0.06	0.01	0.002	0.001	0.01	0.002

注：1、* 为 ZrO₂ 和 HfO₂ 的含量，其中 HfO₂ 约为 0.002%；

2、表中的不确定度为扩展不确定度 (K=2)

表 6 GBW06602 氧化锆标准样品分析结果

元素	测定值 (mg/L)	测定含量值 (%)	GBW06602含量范围 (%)	RSD (%)
Al	0.158	0.00527	0.00424~0.00529	4.92
Ca	3.61	0.1203	0.1143~0.1286	2.43
Fe	1.09	0.0364	0.0364~0.0392	2.24
Mg	1.64	0.0546	0.0546~0.057	1.46
Mn	5.20	0.173	--	1.66
Mo	0.22	0.007	--	2.18
Ni	1.15	0.038	--	1.95
Si	1.64	0.0547	0.0466~0.056	1.65
Ti	0.54	0.018	--	1.30
V	0.03	0.001	--	3.72
Zn	N.D	N.D	--	--

N.D: 未检出

结论

采用全谱型电感耦合等离子体发射光谱 ICPE-9000 氢氟酸进样系统，直接测定氧化锆标准物质中的多种杂质元素含量。所测元素线性关系及重复性良好，定量准确。该方法检出限在 0.0003 ~ 0.28 mg/L，线性相关系数大于 0.99915，RSD 在 1.30% ~ 4.92%。该方法具有快速简便，省时省力，不需要赶氢氟酸，采用微波消解后直接进样测定，可满足氧化锆中多元素杂质含量的工业分析要求。