

ICP-MS 测定铝合金中的镧、铈、镨、钕、钇含量

ICPMS-234

摘要：参考 GB/T 223.92-2023《钢铁及合金 镧、铈、镨、钕、钇含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》，试样经盐酸硝酸混合酸低温消解后，利用电感耦合等离子体质谱仪进行测定，建立了一种简单快速测定铝合金样品中镧、铈、镨、钕、钇五种元素含量的分析方法。实验结果表明：各元素的相关系数 $r \geq 0.99993$ ，回收率在 96.0%~113%，RSD<5.0%，该方法分析速度快，灵敏度高，适用于铝合金中镧、铈、镨、钕、钇含量的测定。

关键词：ICP-MS 铝合金 元素

技术特点：

- ❖ 使用 Mini 炬管，低氦气消耗条件下，同时具有高灵敏度、检出限低特点。
- ❖ 使用基体匹配测试，测试结果干扰小，准确度高。

稀土元素如镧、铈、镨、钕、钇在铝合金中主要可以提高铝合金的纯净度、细化晶粒、提高塑性、强化合金以及提高耐腐蚀性能等作用。因稀土元素具有极强的化学活性，能够与氢、氧、硫等非金属元素以及许多金属元素形成稳定的化合物，从而起到精炼和净化铝合金的作用；并且稀土元素在铝合金中可以选择性地吸附在晶粒界面上，阻碍晶粒的生长，从而细化晶粒。因稀土元素在铝合金中的重要作用，因此测试铝合金中的稀土元素含量就十分必要。

ICP-MS 作为元素分析仪器，具有分析范围广、灵敏度高、检出限低、测定干扰小、线性动态范围宽、速度快等特点。本文参考 GB/T 223.92-2023《钢铁及合金 镧、铈、镨、钕、钇含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》建立了一种测试铝合金中镧、铈、镨、钕、钇五元素的测试方法，线性相关系数 $r \geq 0.99993$ ，回收率在 93.0%~113%，RSD<5.0% (n=7)。该方法灵敏度高，检出限低，能够快速测定铝合金中的镧、铈、镨、钕、钇元素含量。

■ 实验部分

1.1 仪器配置

表 1 ICP-MS 仪器配置

仪器	:	ICPMS-2030
雾化器	:	同心雾化器
雾化室	:	旋流雾化室
炬管	:	Mini 炬管
采样锥	:	铜锥
截取锥	:	镍锥
内标元素加入方法	:	内标组件

1.2 分析条件

ICP-MS 仪器分析条件见表 2。

表 2 ICP-MS 分析条件

高频功率	: 1.20 kW	雾化室温度	: 5°C
等离子体气流速	: 9.0 L/min	池气体	: He
辅助气流速	: 1.10 L/min	气体流速	: 6 mL/min
载气流速	: 0.70 L/min	池电压	: -21 V
采样深度	: 5.0 mm	能量过滤器电压	: 7.0 V

1.3 样品前处理

称取固体样品 0.1 g (精确至 0.0001 g) 置于 100 mL 烧杯中, 加入 10 mL 盐酸 - 硝酸混合酸溶液 (HCl: HNO₃: H₂O=1:1:3), 于低温电热板上加热溶解。待完全溶解后, 取下, 冷却至室温后, 转移至 100 mL 容量瓶中, 同时称取相同质量的纯铝做空白试验。

■ 结果与讨论

2.1 溶液配制

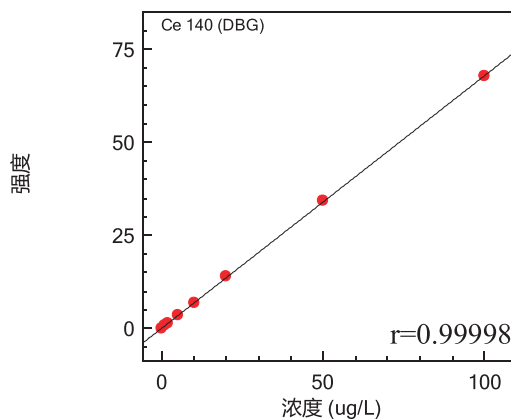
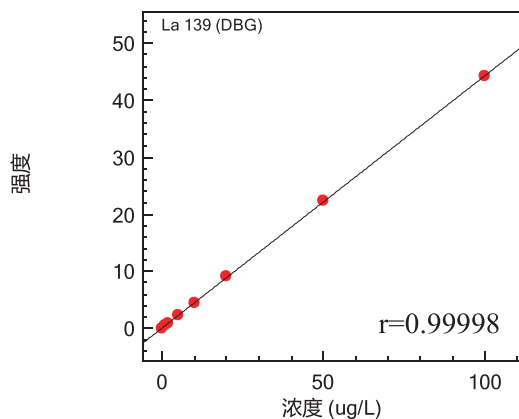
标准溶液: 称取 0.100 g 纯铝 8 份, 分别置于 8 个 100 mL 烧杯中, 加入 10 mL 盐酸 - 硝酸混合酸溶液 (HCl: HNO₃: H₂O=1:1:3), 于电热板低温加热溶解后, 加入不同浓度的标准溶液, 配制成标准溶液。

内标溶液: 用 1% 硝酸溶液配制 Cs 内标溶液 (10 μg/L), 使用内标组件在线加入。

表 3 标准溶液系列 (μg/L)

元素	内标	STD0	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6	STD7
¹³⁹ La	¹³³ Cs	0.00	1.00	2.00	5.00	10.0	20.0	50.0	100
¹⁴⁰ Ce	¹³³ Cs	0.00	1.00	2.00	5.00	10.0	20.0	50.0	100
¹⁴¹ Pr	¹³³ Cs	0.00	1.00	2.00	5.00	10.0	20.0	50.0	100
¹⁴³ Nd	¹³³ Cs	0.00	1.00	2.00	5.00	10.0	20.0	50.0	100
¹⁴⁷ Sm	¹³³ Cs	0.00	1.00	2.00	5.00	10.0	20.0	50.0	100

2.2 标准曲线



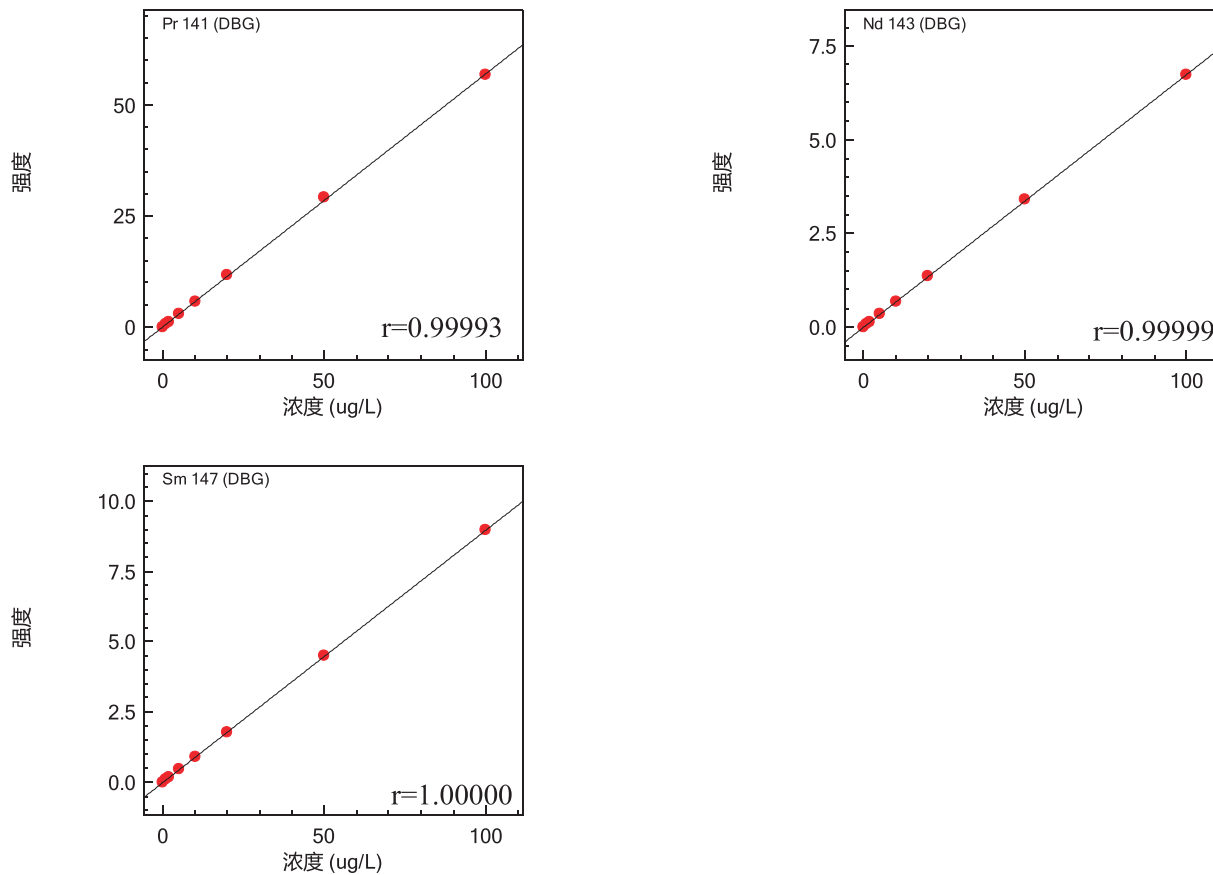


图 1 元素标准曲线图

2.3 检出限考察

使用样品空白溶液测定 11 次，分别以样品空白浓度的 3 倍和 10 倍标准偏差 (SD) 计算仪器检出限和定量限。按照样品称样量 0.1 g，定容体积 100 mL，计算得到该方法的检出限和定量限，结果见表 4。

表 4 检出限和定量限

分析元素	仪器检出限 ($\mu\text{g/L}$)	仪器定量限 ($\mu\text{g/L}$)	方法检出限 (%)	方法定量限 (%)
^{139}La	0.02	0.046	0.000002	0.000005
^{140}Ce	0.02	0.049	0.000002	0.000005
^{141}Pr	0.01	0.038	0.000001	0.000004
^{143}Nd	0.02	0.051	0.000002	0.000005
^{147}Sm	0.01	0.036	0.000001	0.000004

2.4 样品分析结果及加标回收率

样品按照前处理程序处理后，在线加入内标，测定结果见表 5，分别样品 1 和样品 2 进行加标验证，所得的样品加标回收率在 93.0%~113% 之间。

表5 样品测定结果

样品名称	元素	称样量 (g)	测试值 ($\mu\text{g/L}$)	稀释倍数	RSD (n=7, %)	样品含量 (%)
样品 1	La	0.10358	29.6	10	2.49	0.029
	Ce		62.1		3.14	0.060
	Pr		6.80		2.47	0.0066
	Nd		23.9		2.88	0.023
	Sm		1.68		3.72	0.0016
样品 2	La	0.10248	25.7	50	2.94	0.13
	Ce		53.3		3.79	0.26
	Pr		4.97		3.69	0.024
	Nd		17.2		3.19	0.084
	Sm		1.23		3.55	0.0060

表6 样品加标回收实验

样品名称	元素	测定值 ($\mu\text{g/L}$)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	加标后测定值 ($\mu\text{g/L}$)	加标回收率 (%)
样品 1	La	29.6	10.0	40.9	113
	Ce	62.1		71.7	96.0
	Pr	6.80		17.5	107
	Nd	23.9		35.2	113
	Sm	1.68		12.9	112
样品 2	La	25.7	20.0	48.0	112
	Ce	53.3		71.9	93.0
	Pr	4.97		25.9	105
	Nd	17.2		39.3	111
	Sm	1.23		23.5	112

■ 结论

本文参考 GB/T 223.92-2023《钢铁及合金 镧、铈、镨、钕、钐含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》，试样经盐酸硝酸混合酸低温消解后，利用电感耦合等离子体质谱仪进行测定，建立了一种简单快速测定铝合金样品中镧、铈、镨、钕、钐五种元素含量的分析方法。该方法准确度高，检出限低，稳定性好，适用于铝合金中五种元素测试。

岛津应用云

