

ICP-MS 测定中低合金钢的镧、铈、镨、钕、钇含量

ICPMS-233

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》，采用盐酸硝酸混合酸经低温消解试样后，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低合金钢样品中镧、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 $r \geq 0.99998$ ，回收率在 106%~112%，RSD<3.0%，该方法分析速度快，灵敏度高，适用于钢铁中低合金钢的镧、铈、镨、钕、钇含量的测定。

关键词：ICP-MS 钢铁 低合金钢 元素

技术特点：

- ❖ 低温消解，样品前处理方便快捷，适合批量进行测试。
- ❖ 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。

钢铁和合金在多个方面发挥着重要作用，其物理性质、化学性质、力学性能都被广泛的应用于各个领域。如建筑领域、桥梁和高层建筑、大型工业设施、铁路和公路、船舶和海洋工程等。此外，钢铁和合金还在电子工业、航空航天等领域发挥着重要作用。

钢铁及合金中加入微量的稀土元素，如镧、铈、镨、钕、钇，可以明显优化铸坯质量，提高钢的塑韧性和其他性能。这些稀土元素在钢铁中的应用，不仅提高了钢铁的性能，还拓宽了钢铁的应用领域，如在航空航天、医疗核磁共振成像、电影、印刷等照明光源、

军事上的激光测距仪等方面都有所应用。

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》建立了一种测试低合金钢中镧、铈、镨、钕、钇五元素的测试方法，线性相关系数 $r \geq 0.99998$ ，回收率在 106%~112%，RSD<3.0% (n=7)。该方法灵敏度高，检出限低，能够科学有效的对中低合金钢的镧、铈、镨、钕、钇元素含量测定进行指导。

■ 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高纯铁做空白试验。

■ 结果与讨论

2.1 溶液配制

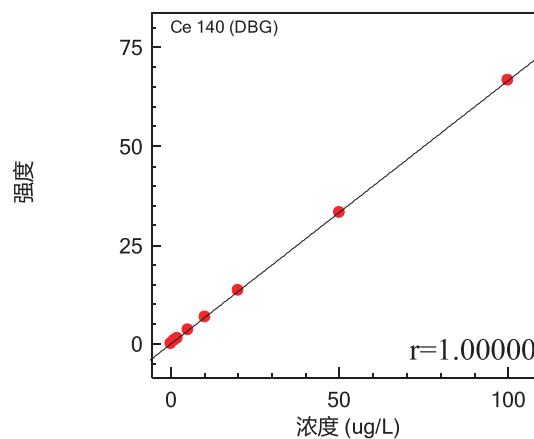
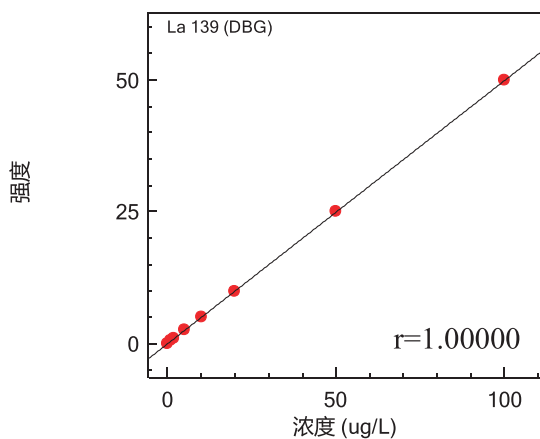
标准溶液: 称取 0.100 g 纯铁 8 份, 分别置于 8 个 100 mL 烧杯中, 加入 10 mL 盐酸 - 硝酸混合酸溶液 (HCl: HNO₃: H₂O=1:1:3), 于电热板低温加热溶解后, 加入不同浓度的标准溶液, 配制成标准溶液。

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



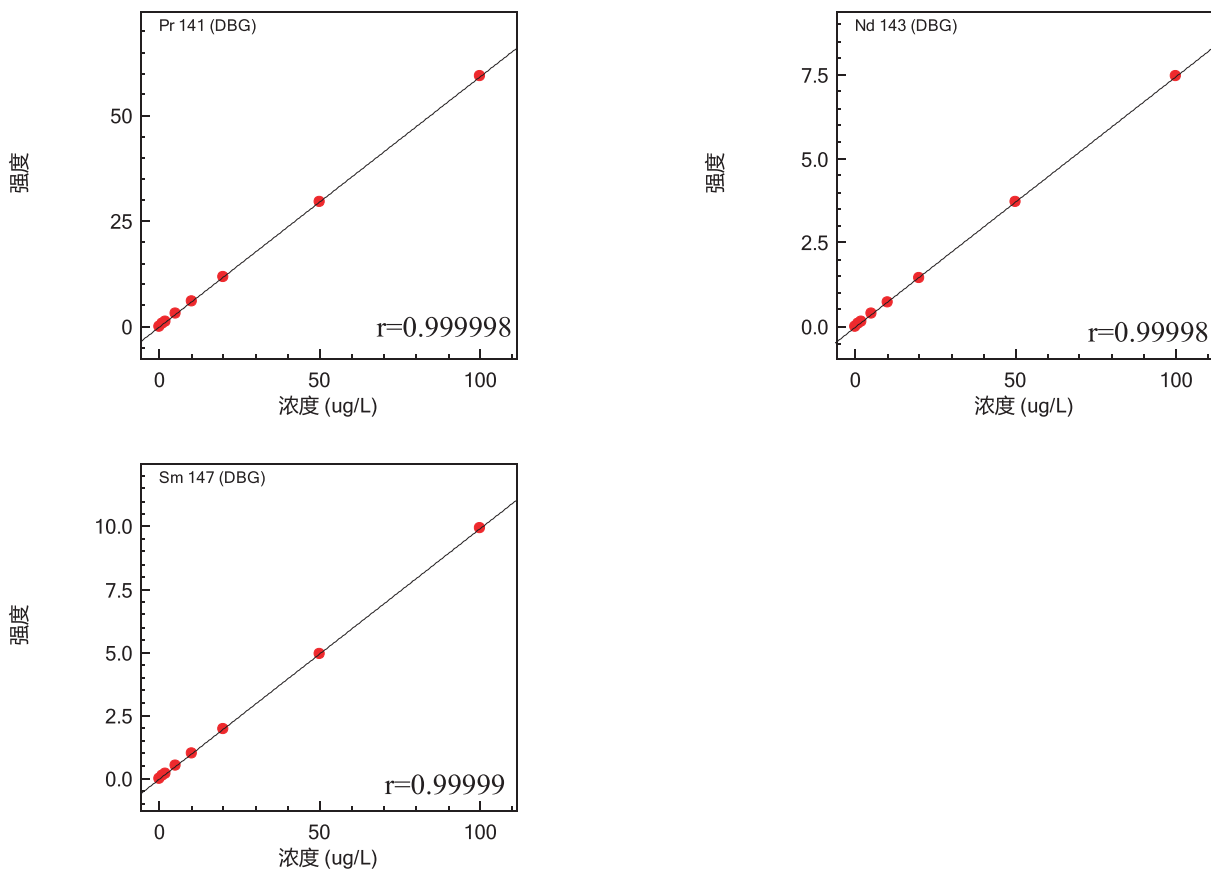


图 1 元素标准曲线图

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 (μg/L)	仪器定量限 (μg/L)	方法检出限 (%)	方法定量限 (%)
¹³⁹ La	0.07	0.22	0.000007	0.00002
¹⁴⁰ Ce	0.07	0.22	0.000007	0.00002
¹⁴¹ Pr	0.06	0.21	0.000006	0.00002
¹⁴³ Nd	0.08	0.27	0.000008	0.00003
¹⁴⁷ Sm	0.06	0.20	0.000006	0.00002

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，样品 1 分别加入 10 μg/L 和 20 μg/L 的标液，所得的样品加标回收率在 106%~112%。

表 5 样品测定结果

样品名称	元素	称样量 (g)	测试值 ($\mu\text{g/L}$)	RSD(n=7, %)	样品含 (%)
样品	La	0.10628	N.D.	--	N.D.
	Ce		N.D.	--	N.D.
	Pr		N.D.	--	N.D.
	Nd		N.D.	--	N.D.
	Sm		N.D.	--	N.D.

注：N.D. 表示未检出

表 6 样品测定结果

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 ($\mu\text{g/L}$)	RSD (n=7, %)	加标回收率 (%)
加标水平 1	La	N.D.	10.0	10.9	1.98	109
	Ce	N.D.		11.1	2.35	111
	Pr	N.D.		11.2	1.97	112
	Nd	N.D.		11.1	1.74	111
	Sm	N.D.		11.2	2.14	112
加标水平 2	La	N.D.	20.0	21.4	1.96	107
	Ce	N.D.		21.8	2.55	109
	Pr	N.D.		21.6	2.91	108
	Nd	N.D.		21.1	2.83	106
	Sm	N.D.		21.7	2.77	109

■ 结论

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》，采用盐酸硝酸混合酸经低温消解试样后，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低合金钢样品中镧、铈、镨、钕、钇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，适用于低合金钢中五种元素测试。

岛津应用云

