

电感耦合等离子体原子发射光谱法测定钕钕富集物中的稀土元素

ICP-009

摘要：稀土元素有众多发射谱线，光谱干扰是稀土元素分析中的解决难点。本文使用高分辨率ICP-AES，选择基体干扰少，灵敏度较高的分析线及最佳工作条件，样品采用简单前处理方法，未经基体分离，使用基体匹配进行直接测定，得到稳定而准确的结果，为稀土行业分析提供可行的方法。

关键词：ICP-AES 钕钕富集物 稀土元素

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。钕钕富集物是生产高纯钕、钕、钕氧化物的原料，所以建立钕钕富集物中的稀土元素的分析方法具有一定的实际意义。目前有报道X射线荧光光谱法及萃取色层分离法测定其稀土元素，而使用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定的报道较少，本文使用高分辨率ICP-AES分析测定钕钕中的稀土元素，选择使用了合适的分析线及最佳的工作条件，盐酸消解样品后直接进样，低含量元素使用基体匹配法测定。

实验部分

1.1 仪器及工作条件

岛津公司ICPS-8100等离子光谱真空扫描型发射光谱仪。

ICP光源：频率27.12 MHz

高频输出功率：1.2 kW

雾化器：同轴雾化器

雾室：旋流雾室

冷却气流速：14 L/min

辅助气流速：1.2 L/min

载气流速：0.7 L/min

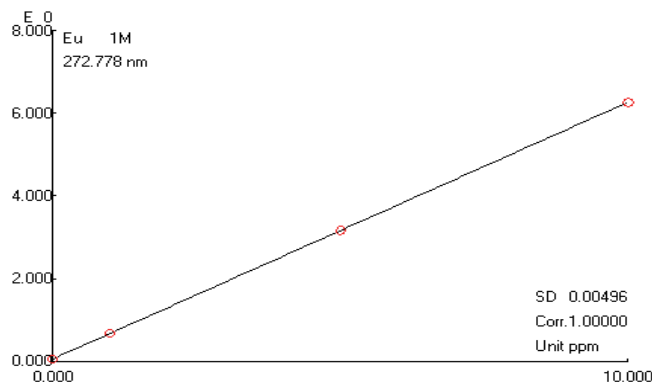
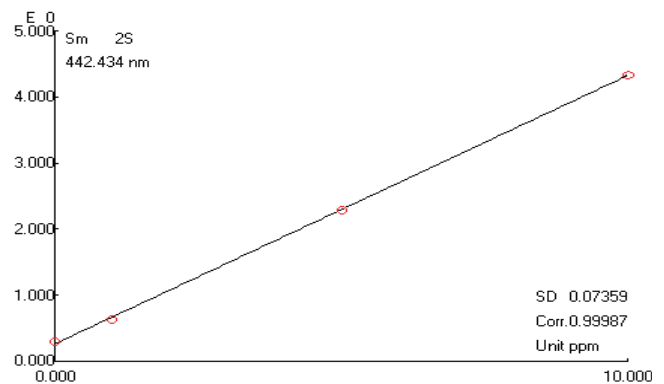
净化气流速：3.5 L/min

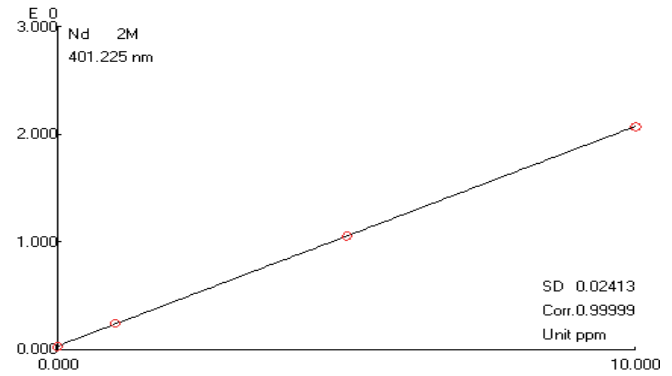
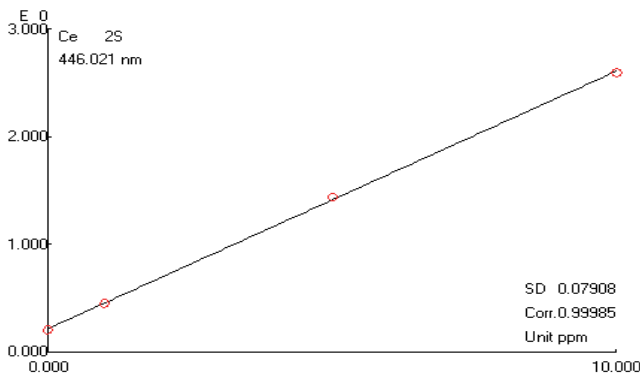
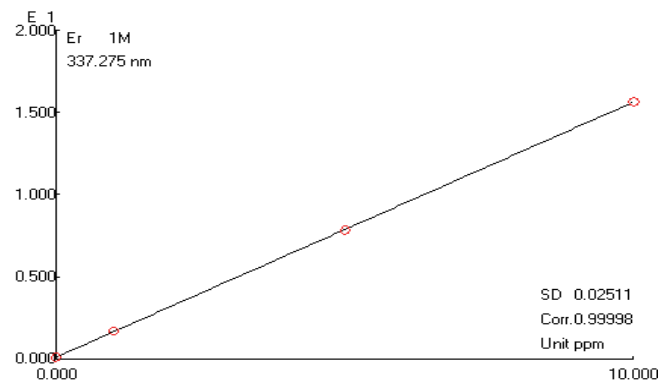
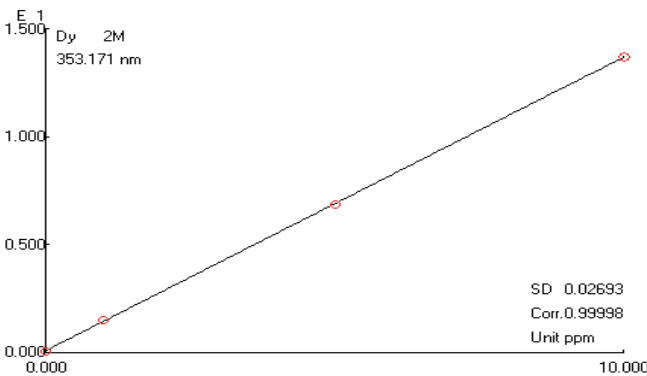
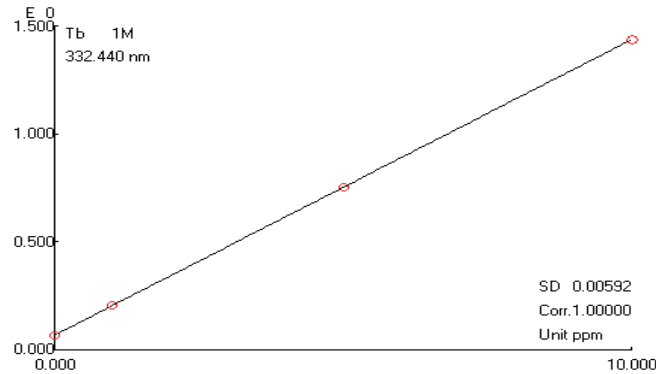
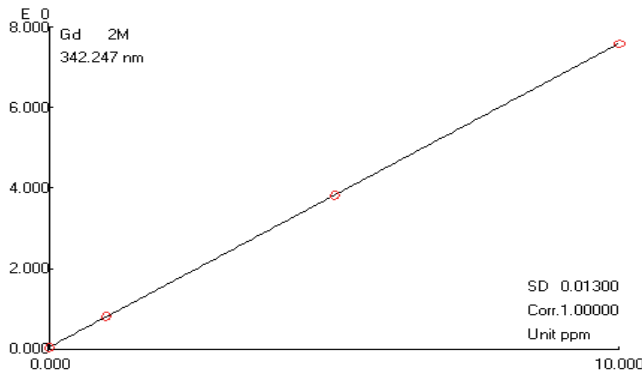
观测方向：纵向观测方式

积分时间：3 s

1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿均为玻璃制品；实验所用酸均为





1.4 样品的前处理

分别称0.1 g钆铈钇富集物样品于玻璃烧杯中，加5 mL盐酸(HCl:H₂O=1:1)，加热消解，待样品反应完毕，定容于100 mL容量瓶中，对于高含量元素，样品稀释10倍测定。将仪器调至最佳状态后进行测定。

结果与讨论

2.1 分析线的选择

考虑样品中的主成份对待测的其他稀土元素的影响。选用99.999%的高纯氧化钆、氧化铈和氧化钇配制基体溶液，加入一定浓度的待测元素标准溶液，进行元素谱线扫描，观察样品主成份的干扰情况，考虑灵敏度及谱线背景情况，选择灵敏度较高且不受干扰的谱线作为分析线，如表1所示。

表1 分析线

元素	波长(nm)
La	398.852
Ce	446.020
Pr	414.314
Nd	401.225
Sm	442.434
Eu	272.778
Gd	342.246
Tb	332.440
Dy	353.171
Ho	339.898
Er	337.275
Tm	313.126
Yb	328.937
Lu	261.542

2.2 加标回收试验

在6个平行样品中加入等量待测元素标准溶液，按实验方法及测定条件测定，计算回收率。平均回收率在93.0%~105.0%，如表2。

2.3 精密度试验

平行称取6个试样，按实验方法及测定条件进行检测，并计算6次检测结果的相对标准偏差，RSD<4%，如表2。

表2 回收率、相对标准偏差、结果对照

元素	本法测定值 (w/%)	RSD (%)	加入值 (μg/mL)	回收率 (%)
La	<0.0015	0	1.0	101.0
Ce	0.05	1.18	1.0	103.2
Pr	<0.0010	0	1.0	93.6
Nd	8.9	1.55	5.0	97.5
Sm	37.2	2.26	5.0	98.0
Eu	9.2	3.76	5.0	99.0
Gd	16.1	2.15	5.0	97.6
Tb	1.1	3.32	1.0	93.3
Dy	3.4	3.89	1.0	93.8
Ho	<0.0025	0	1.0	103.8
Er	0.4	2.85	1.0	105.0
Tm	<0.0015	0	1.0	96.9
Yb	<0.0015	0	1.0	99.1
Lu	<0.0001	0	1.0	98.0

2.4 检出限

检出限与仪器的性能、样品的基体、元素的灵敏度等都有密切关系。对空白标准溶液中的分析元素进行10次测定，计算出标准偏差(SD)，按下列公式计算，结果见表3。DL=3×SD

表3 溶液检出限

元素	检出限(μg/mL)
La	0.005
Ce	0.020
Pr	0.005
Nd	0.010
Tb	0.015
Dy	0.010
Ho	0.010
Er	0.005
Tm	0.005
Yb	0.001
Lu	0.001

■ 结论

从以上分析结果可以看出：在本方法所采用的分析条件下，经过简单前处理即可对钕钐钇富集物中的稀土元素进行准确定量。本方法有较低的检出限，各待测添加回收率在93.0%~105.0%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简便可行的方法。