

# ICPS-7510 测定锆钽合金中的金属元素

## ICP-020

**摘要：**锆钽合金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、钕等多种杂质元素含量。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 97.0%-103.0% 范围内，相对标准偏差 <3%(n=6)，溶液检出限均 <0.05 (μg/mL)

**关键词：**ICP-AES 稀土 锆钽合金 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。锆钽合金是制备磁性材料的重要原材料。其品质对磁性能有很大的影响。根据生产工艺要求，要对锆钽合金中杂质元素作准确的定量分析。所以建立氧化钽中的稀土杂质元素的分析方法具有一定的实际意义。

电感耦合等离子体发射光谱法可以简便、快速地进行

多元素测定。稀土元素的谱线很多，尤其是锆、钽，有上千条谱线。锆钽合金的测试比单一钽产品杂质元素的还要困难，因为它同时受锆、钽两基体组分的影响，谱线相互间干扰较严重。所以对于 ICP-AES 的分辨率要求很高。

本文依据国标 GB/T18115.4-2006 方法，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 ICP-AES 光谱仪 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

高频功率：1.2 kW      冷却气：14.0 L/min      辅助气体：1.2 L/min

载气：0.7 L/min      观测方向：纵向观测

扫描方式：La, Sm, Y, Ce, W, Ti 采用“Direct”模式，其它元素采用“Peak Search”模式

### 1.3 试剂

各元素标液溶液（1000 mg/L）；

硝酸：BV- 级；

实验用水：超纯去离子水；

高纯氧化钽：质量分数大于 99.999 %；

高纯氧化锆：质量分数大于 99.999 %。

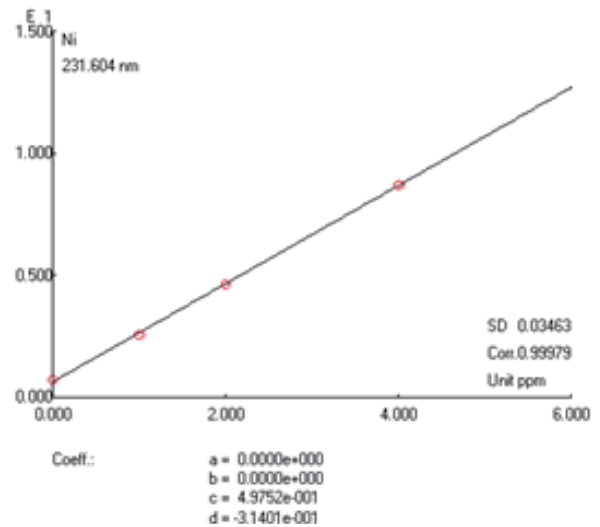
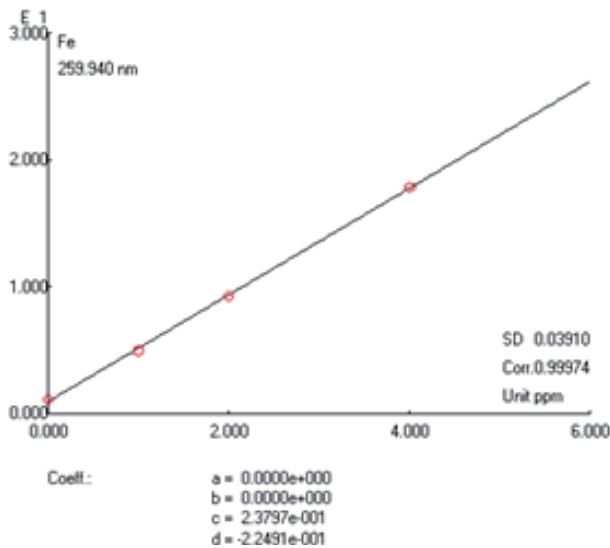
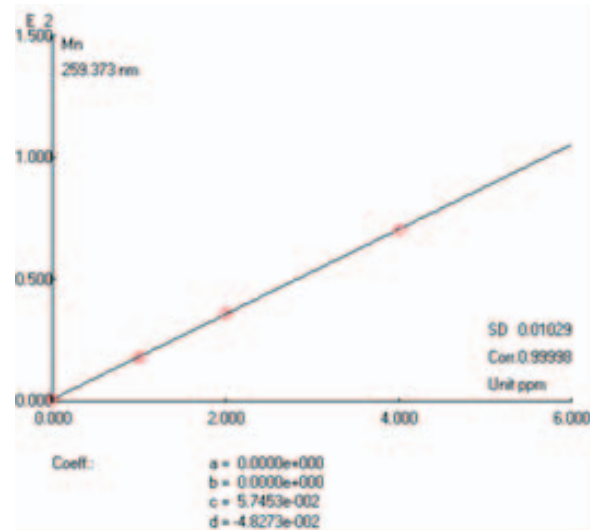
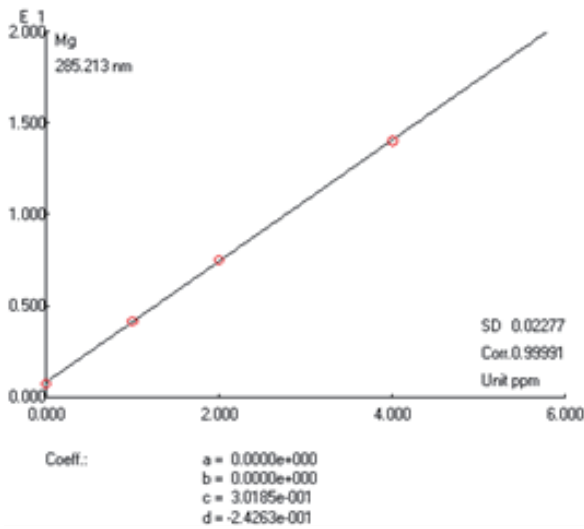
### 1.4 样品制备

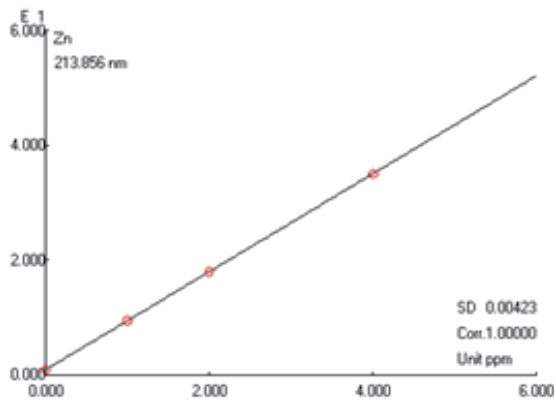
准确称取 0.20 g 样品，在 10 mL (1:1) 硝酸溶液中溶解，定容到 100 mL，待测。

## ■ 结果讨论

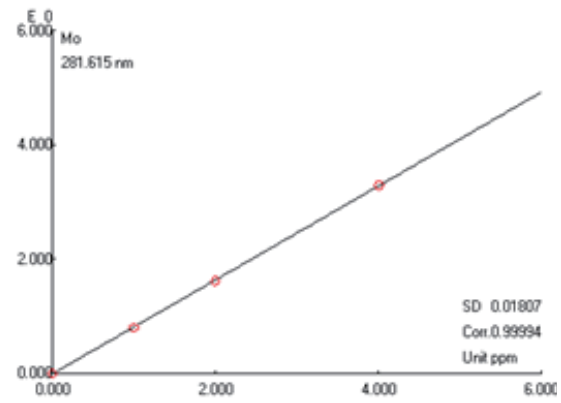
### 2.1 标准曲线

利用高纯氧化镨、高纯氧化钆，按照样品中的镨钆比例（镨：钆=25:75）对标准溶液进行基体匹配，将各金属元素标准溶液配制标准曲线，如图 1。

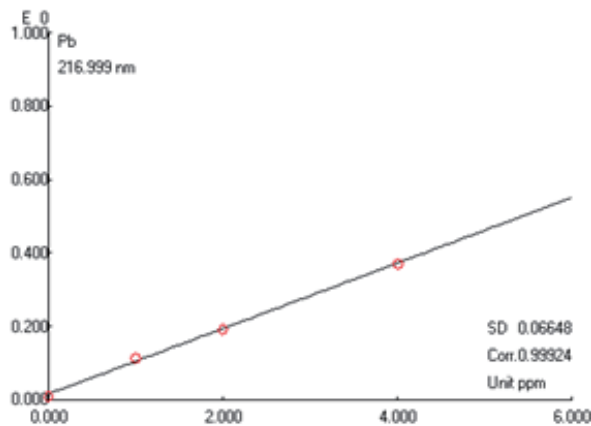




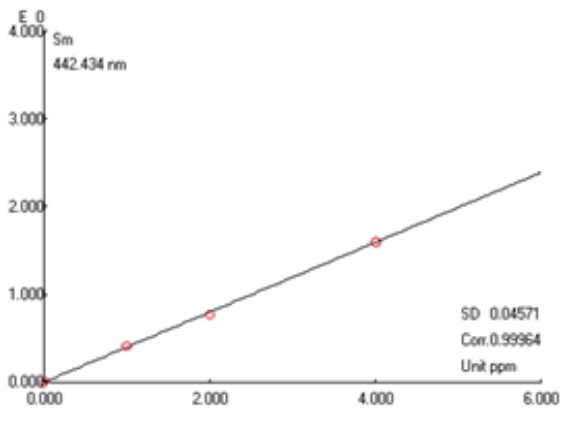
Coef.:  
 a = 0.0000e+000  
 b = 0.0000e+000  
 c = 1.1725e-001  
 d = -1.0546e-001



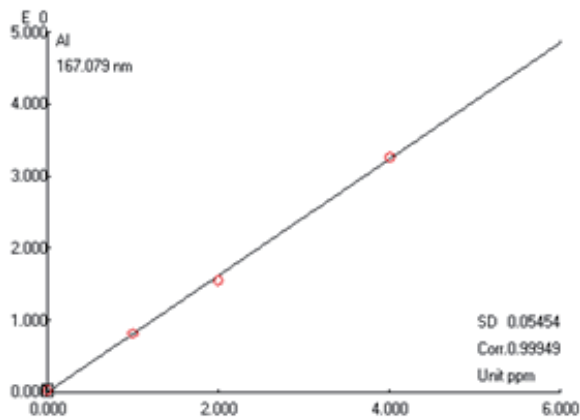
Coef.:  
 a = 0.0000e+000  
 b = 0.0000e+000  
 c = 1.2174e+000  
 d = 1.2422e-002



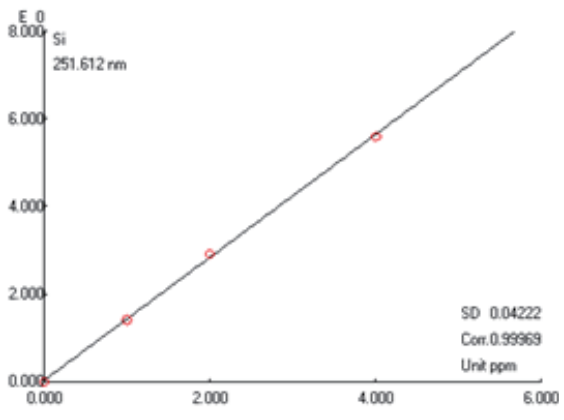
Coef.:  
 a = 0.0000e+000  
 b = 0.0000e+000  
 c = 1.1207e+001  
 d = -1.6654e-001



Coef.:  
 a = 0.0000e+000  
 b = 0.0000e+000  
 c = 2.5150e+000  
 d = -2.7706e-003



Coef.:  
 a = 0.0000e+000  
 b = 0.0000e+000  
 c = 1.2369e+000  
 d = -5.6637e-004



Coef.:  
 a = 0.0000e+000  
 b = 0.0000e+000  
 c = 7.1306e-001  
 d = -2.0079e-002

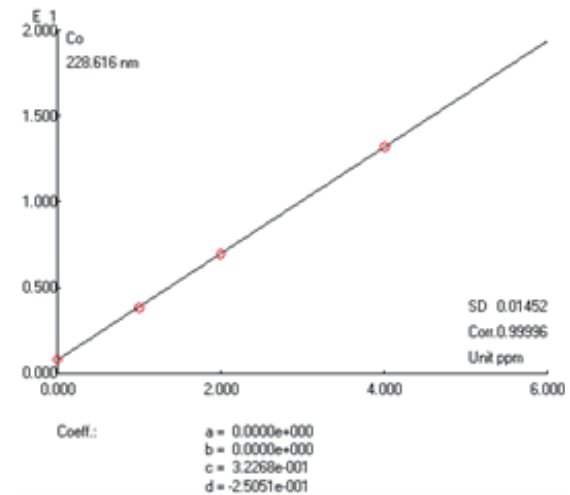
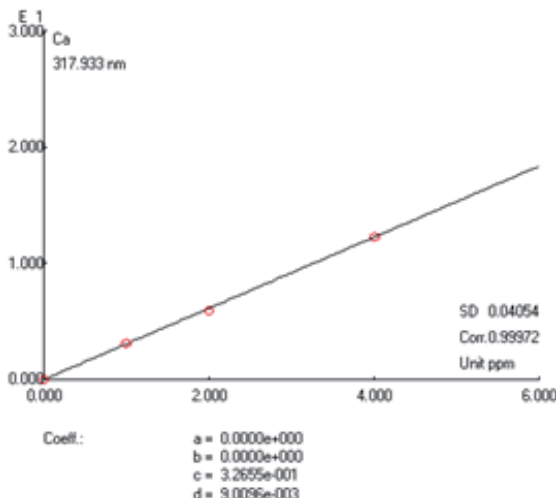
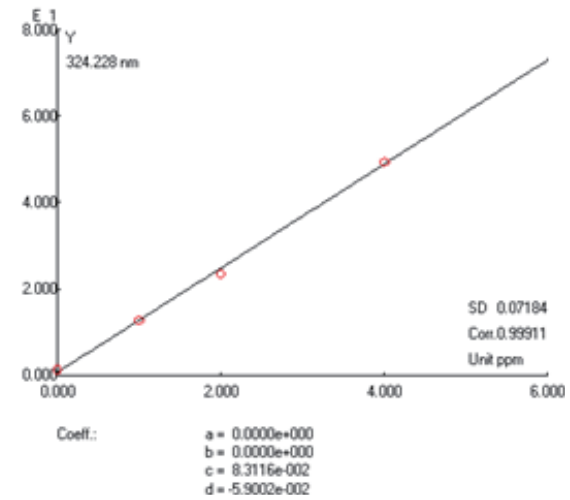
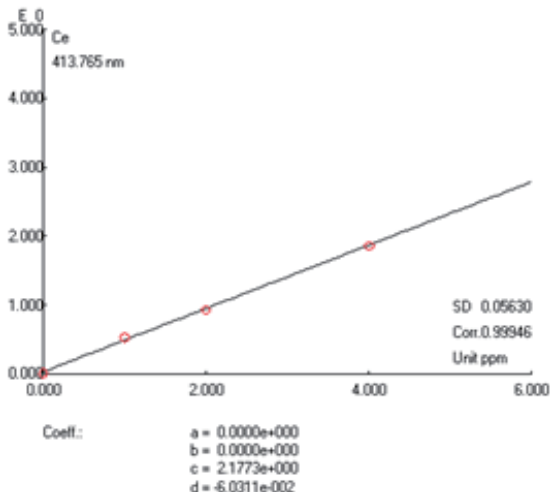
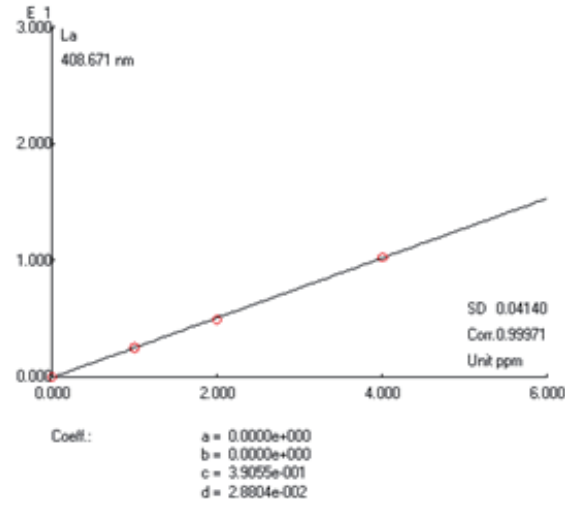
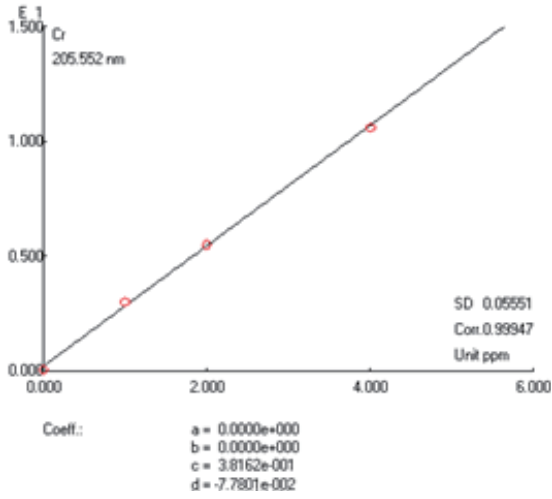


图 1 各种元素的工作曲线图

## 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=6)

元素	分析波长 (nm)	样品含量 (%)	RSD (%)	元素	分析波长 (nm)	样品含量 (%)	RSD (%)
Mg	285.213	0.0070	1.3	Al	167.079	0.070	0.44
Ca	317.933	N.D	-	Ce	413.380	0.10	0.35
Mn	259.373	N.D	-	Cr	205.552	N.D	-
Fe	259.940	0.060	0.59	La	408.671	0.090	0.52
Co	228.616	0.0013	1.4	Mo	281.615	0.024	0.86
Ni	231.604	N.D	-	Si	251.612	0.048	0.42
Pb	216.999	N.D	-	Sm	442.434	N.D	-
Zn	213.856	0.00050	2.4	Y	324.228	N.D	-

## 2.3 仪器检测限及回收率

对空白样品的分析元素进行 10 次测定，取 3 倍的标准偏差所对应的浓度即为各元素的检出限，其结果见表 3。准确称量 0.2 g 样品，加入 100  $\mu\text{g/mL}$  混合标液 1.0 mL 后，按同样步骤前处理，最终定容到 100 mL。加标回收率结果见表 4

表 3 各元素检出限 (mg/L)

元素	Mg	Ca	Mn	Fe	Co	Ni	Pb	Zn
检出限	0.003	0.005	0.005	0.005	0.003	0.004	0.06	0.004
元素	Al	Ce	Cr	La	Mo	Si	Sm	Y
检出限	0.007	0.040	0.007	0.042	0.01	0.022	0.043	0.014

表4 加标回收率结果

元素	测定值 (mg/L)	加标量 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标后 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	回收率 (%)	元素	测定值 (mg/L)	加标量 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标后 测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	回收率 (%)
Mg	0.14	1.0	1.11	97.0	Al	1.4	1.0	2.43	103.0
Ca	N.D	1.0	1.02	102.0	Ce	2.0	1.0	3.01	101.0
Mn	N.D	1.0	0.96	96.0	Cr	N.D	1.0	1.01	101.0
Fe	1.2	1.0	2.18	98.0	La	1.8	1.0	2.77	97.0
Co	0.026	1.0	1.02	99.4	Mo	0.49	1.0	1.52	103.0
Ni	N.D	1.0	0.96	96.0	Si	0.97	1.0	1.94	97.0
Pb	N.D	1.0	0.99	99.0	Sm	N.D	1.0	1.03	103.0
Zn	0.010	1.0	1.02	101.0	Y	N.D	1.0	0.97	97.0

## 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锆钨合金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 97.0%-103.0% 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。