

ICP-AES 法测定稀土中的多元素含量

ICP-028

摘要：采用顺序扫描型 ICP-AES 法测定稀土中的多元素含量，实验结果表明，所测元素线性关系及重复性良好，定量准确，回收率在 96.00% ~ 100.50% 之间，具有快速、高效等优点，完全能满足测定要求。

关键词：稀土 顺序扫描型 ICP

稀土有“工业维生素”的美称。稀土一般是以氧化物状态分离出来的，虽然在地球上储量非常巨大，但冶炼提纯难度较大，显得较为稀少，得名稀土。稀土元素在石油、化工、冶金、纺织、陶瓷、玻璃、永磁材料等领域都得到了广泛的应用，随着科技的进步和应用技术的不断突破，稀土氧化物的价值将越来越大，故对稀土含量的测定显得尤为重要。稀土谱线干扰十分严重，故稀土样品的元素分析通常采用顺序扫描型的 ICP 进行测试，同时岛津的顺序型 ICPS-7510 提供了不同的峰扫描模式，针对谱线干扰严重程度可采用不同的峰扫描模式进行测试。

实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPS-7510 顺序扫描型发射光谱仪

1.2 实验器皿及试剂

实验所用玻璃器皿均用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用 HNO₃、HCl 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

称取 0.1998 g 稀土于 50 mL 烧杯中，加入 1 mL 纯水润湿，加入 3 mL 硝酸，1 mL 盐酸，于 150℃ 电加热板上加热溶解，溶解完全后，冷却，转移溶液至 100 mL 容量瓶中，用超纯水定容。稀释 100 倍用于定量测试。

结果与讨论

2.1 仪器参数和分析线的选择

根据表 1 制备 Y、La、Nd、Sm、Dy、Gd 和 Pr 的混合标准溶液，含 1% 硝酸。

表 1 不同元素标准曲线浓度

元素	标准曲线浓度 (mg/L)					
Y	0	1	4	10	20	
La	0	1	4	10	20	
Nd	0	1	4	10	20	
Sm	0	1	2	4	6	
Dy	0	2	4	6	8	
Gd	0	2	4	6	8	
Pr	0	1	2	4		

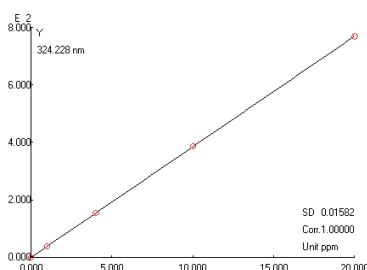
仪器稳定后，按表 2 仪器工作条件，标准曲线法计算结果。

表 2 仪器工作条件

观测方向	辅助气流速 (L/min)	冷却气流速 (L/min)	载气流速 (L/min)	高频频率 (MHz)	高频输出功率 (kW)	炬管类型	雾化器	雾化室
纵向	14	1.2	0.7	27.12	1.2	Mini	同心	旋流

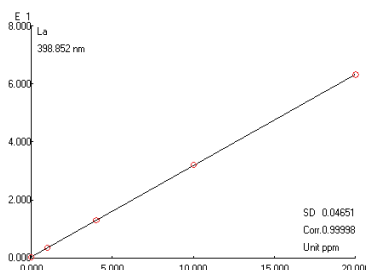
2.2 标准曲线

各元素的标准曲线如下：



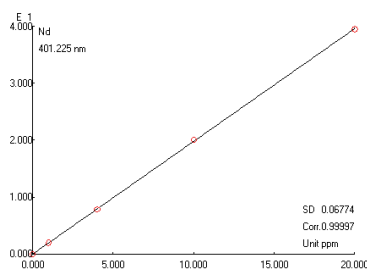
R=1.0000

图1 钇的标准曲线



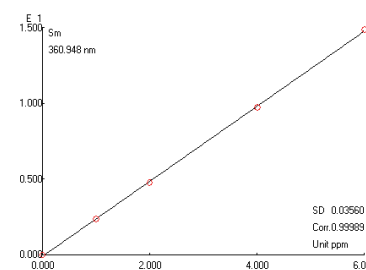
R=0.99998

图2 镧的标准曲线



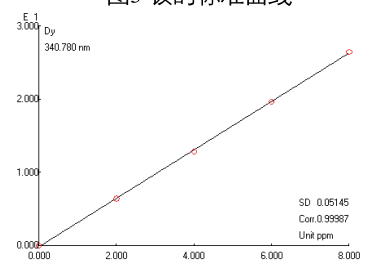
R=0.99997

图3 钕的标准曲线



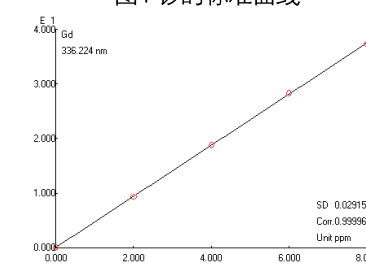
R=0.99989

图4 钐的标准曲线



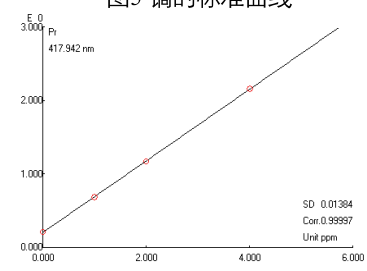
R=0.99987

图5 镝的标准曲线



R=0.99996

图6 钆的标准曲线



R=0.99997

图7 钺的标准曲线

2.3 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 3。

表 3 检出限

元素名称	Y	La	Nd	Sm	Dy	Gd	Pr
检出限 (mg/L)	0.02	0.01	0.01	0.01	0.01	0.03	0.01

2.4 测定结果及回收率

按实验方法对送检样品进行分析，分析结果见表 4，并进行了加标回收率实验，其结果见表 5。

表 4 稀土样品分析结果

元素	测定值 ($\mu\text{g/L}$)	测定值 (%)	RSD (%)
Y	3.42	17.11	0.05
La	3.81	19.07	0.25
Nd	3.45	17.27	0.22
Sm	0.78	3.90	0.56
Dy	0.78	3.90	0.22
Gd	0.82	4.10	0.45
Pr	0.95	4.76	0.11

表 5 稀土样品回收试验结果

元素名称	Y	La	Nd	Sm	Dy	Gd	Pr
添加前 ($\mu\text{g/L}$)	3.42	3.81	3.45	0.78	0.78	0.82	0.95
添加量 ($\mu\text{g/L}$)	10.00	10.00	5.00	1.00	2.00	2.00	2.00
添加后 ($\mu\text{g/L}$)	13.39	13.81	8.28	1.74	2.74	2.83	2.95
回收率 (%)	99.73	100.00	96.60	96.00	98.00	100.50	100.00

结论

采用顺序扫描型 ICP-AES 法测定稀土中的多元素含量, 实验结果表明, 所测元素线性关系及重复性良好, 定量准确, 回收率在 96.00% ~ 100.50% 之间, 具有快速、高效等优点, 完全能满足测定要求。