

电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法 测定球化剂中镧、铈、钇

杨海娇 骆坤 赵永莉

(共享装备股份有限公司 检测中心(宁夏先进铸造技术重点实验室),银川 750021)

摘要 应用电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法对球化剂中镧、铈、钇进行测定,通过硝酸、氢氟酸和盐酸分解试料,高氯酸冒烟驱走硅和氟,最后用盐酸溶解盐类,能准确、快速地测定其含量,加标回收率在97%~100%,精密度实验取得了满意的结果。

关键词 ICP-AES;球化剂;稀土;镧;铈;钇

中图分类号:O657.31;TH744.11 **文献标志码**:A **文章编号**:2095-1035(2019)03-0055-03

Determination of Lanthanum, Cerium, Yttrium in Nodulizer by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry

YANG Haijiao, LUO Kun, ZHAO Yongli

(Kocel Machinery Limited Testing Center, Yinchuan, Ningxia, 750021, China)

Abstract The sample was dissolved with nitric acid, hydrofluoric acid and hydrochloric acid, and processed with perchloric acid to remove silicon and fluorine, then the salts were dissolved by hydrochloric acid. Determination of lanthanum, cerium, yttrium in nodulizer by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry(ICP-AES) was proposed, the content of the elements could be determined correctly and quickly. The recoveries obtained were in the range of 97% to 100%, the precision of the method was satisfied.

Keywords ICP-AES; nodulizer; rare earth; lanthanum; cerium; yttrium

前言

球化剂是为获得球状石墨铸铁而加入铁液内的某些金属或合金,是球墨铸铁中必不可少的铸造原

辅材料。球化剂中有效的球化元素有Mg、稀土元素和Ca等,稀土能促进镁合金的球化效果(球化率和球的圆整度),而球化剂中稀土元素的测定多是采用传统的化学分析方法,如球化剂中稀土总量采用

收稿日期:2019-01-29 **修回日期**:2019-03-21

作者简介:杨海娇,女,工程师,主要从事化学分析研究。E-mail:yhj0801@126.com

本文引用格式: 杨海娇,骆坤,赵永莉. 电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法测定球化剂中镧、铈、钇[J]. 中国无机分析化学,2019,9(3):55-57.

YANG Haijiao, LUO Kun, ZHAO Yongli. Determination of Lanthanum, Cerium, Yttrium in Nodulizer by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2019,9(3):55-57.

EDTA 滴定法、草酸盐称量法、偶氮氯膦Ⅲ光度法等^[1-3],这些方法操作复杂,检测周期长,且只能测定稀土总量,不能进行单元素测定。电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法具有灵敏度高、精密度好、检出限低、可进行多元素同时测定等优点,实际操作性强,数据准确可靠^[4-5]。本文建立了 ICP-AES 法同时测定球化剂中主要稀土元素镧、铈、钇,是一种准确、快速、有效的方法。

1 试验部分

1.1 主要试剂

硝酸、盐酸、氢氟酸、高氯酸均为优级纯,实验用水为超纯水。

镧、铈、钇标准储备溶液(1 000 μg/mL,购自国家标准物质研究中心);

1.2 仪器及工作参数

仪器采用 Optima 8000 型电感耦合等离子体发射光谱仪(美国 PE 公司)。

ICP-AES 测定条件见表 1。

表 1 ICP-AES 工作参数

Table 1 Working condition for ICP- AES	
项目	参数
射频功率/W	1 300
辅助气流量/(L·min ⁻¹)	0.2
雾室压力/kPa	3.8
泵速/(r·min ⁻¹)	1.50
等离子体气流量/(L·min ⁻¹)	15

1.3 实验方法

称取 0.1 g 样品(精确至 0.000 1 g),置于 200 mL 聚四氟乙烯烧杯中,滴加少量水润湿后,加入 10 mL 硝酸,用塑料管小心滴加约 5 mL 氢氟酸,至激烈反应停止,加入 5 mL 盐酸,缓慢加热至试样溶解完全。加约 8 mL 高氯酸,200 ℃左右加热至冒高氯酸烟,用水冲洗杯壁,继续蒸发冒烟至近干,加 20 mL 盐酸(1+3),溶解盐类,冷却至室温。将溶液移入

500 mL 容量瓶中,用水定容。
称取适量高纯铁(>99.98%),随同试样做空白实验。

2 结果与讨论

2.1 非光谱干扰

引入无机酸可使溶液的吸入速率及谱线强度减弱,其中硝酸<盐酸<高氯酸<硫酸<磷酸。所以在实验中,硝酸、盐酸因其黏度小、表面张力小、雾化效率高可作为消除雾化去溶干扰的最佳选择。在溶样试样时,以硝酸、盐酸为主,避免采用硫酸、磷酸^[6]。

由于铁基体的存在使得待测元素谱线背景强度增加,采用基体匹配的方法^[7]来消除基体干扰。球化剂中铁基体的含量一般在 40%~50%,在标准溶液中加入相应量的铁基体来绘制工作曲线以消除干扰。

2.2 光谱干扰及分析线的选择

通过对试样中镧、铈、钇元素的多条谱线、强度和共存元素干扰情况的分析,最终选择了检出限低、光谱干扰小或光谱干扰已被扣除的谱线作为最佳测定谱线。元素谱线干扰情况见表 2。

2.3 校准曲线

分别称取 0.05 g 高纯铁(>99.98%)5 份于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中,按照上述实验方法进行处理,溶解完毕后转移至容量瓶中,向容量瓶中加入一定量的 La、Ce、Y 标准溶液,定容后得到与样品溶液含有相同量铁基体的校准溶液系列,加入的标准溶液浓度见表 3。

使用标准曲线法,以各待测元素质量分数为横坐标,测定的发射强度为纵坐标,拟合 La、Ce、Y 元素的校准曲线。

表 2 分析谱线的选择

Table 2 Choice of analysis wavelength			
分析元素	分析谱线/nm	相应的干扰情况/nm	选定的分析谱线/nm
La	398.852	Ce(398.852)	398.852
	408.672	Ce(408.677)、Fe(408.710)	
	379.478	Ce(379.468)、(379.500) Fe	
Ce	413.764	Fe(418.704) Fe(413.386)	413.764
	418.660		
	413.380		
Y	371.029	Ce(371.025)	371.029
	361.104	Ce(361.091)	
	324.227	Fe(324.227)、Ce(324.254)	

表 3 待测元素标准曲线的溶液浓度

Table 3 The concentration of standard curve solutions of determined elements

元素	1		2		3		4		5	
	浓度/ ($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	含量/%	浓度/ ($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	含量/%	浓度/ ($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	含量/%	浓度/ ($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	含量/%	浓度/ ($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	含量/%
La	0.2	0.1	1.0	0.5	2.0	1.0	4.0	2.0	8.0	4.0
Ce	0.2	0.1	1.0	0.5	2.0	1.0	4.0	2.0	8.0	4.0
Y	0.2	0.1	1.0	0.5	2.0	1.0	4.0	2.0	8.0	4.0

2.4 精密度实验

对同一个球化剂试样分别进行 5 次分析测定,对测定结果计算相对标准偏差 RSD^[8],见表 4,相对标准偏差为 1.7%~8.6%($n=5$),结果可靠。

2.5 加标回收实验

为评估方法的准确性,对球化剂试样进行加标回收试验,试验结果见表 5,加标回收率在 97%~100%,说明此方法具有较高的准确度。

表 4 精密度实验结果

Table 4 Test results of precision /%

分析元素	测定平均值	相对标准偏差 RSD
La	0.324	1.7
Ce	0.596	2.2
Y	0.000 7	8.6

表 5 加标回收实验结果

Table 5 Results of recovery test /%

分析元素	加标前测定值	加入量	加标后测定值	回收率
La	0.450 9	1	1.439	98.8
Ce	1.340	1	2.312	97.2
Y	1.244	1	2.241	99.7

3 结论

综上所述,电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法用于检测球化剂中 La、Ce、Y 元素含量的研究,加标回收率在 97%~100%的可接受范围内,精密度实验取得了满意的结果,确定了该实验方法的可行性和结果的准确性。相比传统化学检测分析方法,应用 ICP-AES 法准确、快速地测定球化剂中的稀土元素,操作简单,大幅提高了工作效率,对球化剂的成分起到监控作用,对生产具有指导意义。

参考文献

[1]中华人民共和国工业和信息化部. 稀土镁硅合金 稀土总量、硅、总镁和氧化镁的化学分析方法:GB/T 4394—2016 [S]. 北京:机械工业出版社,2016.

[2]周凯红,张立锋,刘晓杰. 电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法测定铜玻璃废粉中稀土元素总量及配分量[J]. 中国无机分析化学(*Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry*),2016,6(3):62-65.

[3]章连香,冯先进. 八极杆碰撞/反应池(ORS)-电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法测定复杂矿物中的稀土元素[J]. 中国无机分析化学(*Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry*),2017,7(2):22-26.

[4]杨海娇,赵永莉,李金宝. 电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)测定高效复合孕育剂中铝、钙、钡[J]. 中国无机分析化学(*Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry*),2015,5(3):79-81.

[5]邓传东,孙琳,安身平,等. ICP-AES 测定南红玛瑙中剧毒元素 As、Cd、Cr、Pb、Sb 含量的研究[J]. 中国无机分析化学(*Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry*),2018,8(6):9-13.

[6]李玉芬. 论冶金分析中 ICP-AES 法非光谱干扰的排除[J]. 钢铁研究(*Research on Iron and Steel*),1999(4):28-29.

[7]马琪,李正明,翟博. 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定铜铬铅合金中铬和铅[J]. 冶金分析(*Metallurgical Analysis*),2013,33(6):52-55.

[8]周伟,贾云海. 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定锌及锌合金中 16 种元素[J]. 冶金分析(*Metallurgical Analysis*),2004,24(6):26-35.