第15卷第3期
2025年3月

中国无机分析化学
Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry

Vol. 15, No. 3
398~405

doi: 10. 20236/j. CJIAC. 2025. 03. 011

巩琛，黄辉，张嘉祺，等．基体分离-电感耦合等离子体质谱法测定高纯钽中Ni、B含量[J]．中国无机分析化学，2025，15(3)：398-405.

GONG Chen, HUANG Hui, ZHANG Jiaqi, et al. Determination of Ni and B Contents in High-purity Tantalum by Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry with Matrix Separation[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2025, 15(3): 398-405.

基体分离-电感耦合等离子体质谱法测定高纯钽中Ni、B含量

巩 琛　黄 辉*　张嘉祺　苗世海　李 颖　李本涛

（山东非金属材料研究所，济南 250031）

摘　要　针对高纯钽测试过程基体对被测杂质元素干扰的问题，通过将样品湿法消解后经基体分离，消除钽基体对杂质的质谱干扰，建立基体分离-电感耦合等离子体质谱法测定高纯钽中杂质元素含量的方法。考察基体干扰0~1 000 ng/mL、仪器功率0.8~1.4 kW、采样深度5~9 mm、等离子体气流量7.5~12 L/min、雾化气流量0.6~1.1 L/min等影响因素的干扰情况，确定了最佳分析条件。结果表明，在基体分离，RF功率1.36 kW、采样深度5 mm、等离子气流量9.0 L/min、雾化气流量0.88 L/min条件下，仪器处于最佳分析测试状态，在此条件下Ni、B的校准曲线方程相关系数均大于0.999，检出限(LOD)分别为0.3、1.2 ng/g，加标回收率在96.0%~105%，样品测试相对标准偏差(RSD)<3%(n=10)。方法检出限低，准确性高，适用于高纯钽中Ni、B杂质元素含量的快速定量测试。

关键词　电感耦合等离子体质谱法；高纯钽；基体分离

要点

1) 以硝酸-氢氟酸体系溶解难溶高纯钽金属，获得澄清溶液。
2) 用氨水将体系中钽去除，消除测试过程中钽的质谱干扰。
3) 通过参数优化研究，获得最佳分析条件。

中图分类号：O657.63　TH843　　**文献标志码**：A　　**文章编号**：2095-1035(2025)03-0398-08

高纯钽是一种具有超过99.9%纯度的钽金属，以其卓越的高温稳定性、优异的耐腐蚀性、良好的生物相容性和电导性而获得广泛应用[1-2]。高纯钽可作为溅射靶材，通过物理气相沉积(PVD)工艺在半导体衬底上形成薄膜扩散势垒，有效地保护了铜互连，防止铜原子扩散到其他层，从而极大地提高了半导体器件的性能和可靠性[3-4]。高纯钽的良好生物相容性使其成为制造植入医疗器械的优选材料，人工髋关节置换植入物采用钽材料，能够有效防止应力屏蔽，且钽不会引起人体的免疫反应，对人体组织无害[5-7]。高纯钽出色的耐腐蚀性，使它能够在化工生产中的反应器、蒸馏器、热交换器等设备，尤其是在处理强酸等腐蚀性介质的环境中，抵御腐蚀，保证生产过程的安全和高效进行，而且，钽的氧化物在某些有机合成反应中还可作为催化剂或催化剂载体，提高反应效率和选择性[8-10]。在航空航天这一高端领域，高纯钽的高强度、高温稳定性和耐腐蚀性更能凸显其价值，在火箭发动机部件的制造中，钽基合金被用于火箭燃烧室等高温高压的关键部位，确保火箭发动机在极端恶劣的工作条件下能够稳定可靠地运行，同时，在航天飞行器的制造中，钽也用于制造卫星的框架、天线等关键结构部件，使其能够在复杂的太空环境

收稿日期：2025-01-03　　**修回日期**：2025-01-13

基金项目：国防科工局技术基础科研项目

作者简介：巩琛，男，工程师，主要从事计量与理化检测研究。E-mail：919333720@qq.com

*__通信作者__：黄辉，女，研究员级高级工程师，主要从事金属材料理化分析研究。E-mail：huanghuicc@sina.com

中保持良好的性能，保障航天任务的顺利进行[11-12]。

高纯钽的优异性能会受到杂质元素的影响，在高纯钽中可能存在的杂质包括铁、铜、铝、硅、硫、磷、氮、氢、氧等元素，这些杂质会引入各种问题，例如铁和铜可能降低电导性和热导性，氮和氢可能影响钽的机械性能和加工性，而硫和磷可能增加材料的脆性，氧和碳则可能促进腐蚀反应，影响钽的耐腐蚀性和稳定性[13-15]。因此准确测量这些杂质的含量至关重要，常用钽中杂质分析方法有很多[16]，如电感耦合等离子体光谱法[17-20]、电感耦合等离子体质谱法[21-24]、原子吸收分光光度法[25]、辉光放电质谱法等[26-28]。

在进行高纯钽的测试过程中，基体干扰是一个不可忽视的问题，因为即使是极微量的杂质也可能由于钽本身的高纯度特性而被放大，导致分析结果出现偏差[29]。质谱法中钽对元素Al、Ti、Zr、Mo、Ba、W的相对信号强度值有增强作用，而元素Mg、V、Cr、Mn、Co、Ni、Cu、Zn、As、Cd、Sn、Sb、Pb的信号强度则受到抑制[30]。为了减少这些干扰，通常需要采用精确的样品前处理技术、基体匹配的标准溶液、内标法以及优化的仪器参数，确保分析结果的可靠性和精确度。本实验选用硝酸-氢氟酸体系溶解样品，弱碱环境去除钽基体，消除了基体干扰，利用电感耦合等离子体质谱仪对样品中Ni、B杂质含量进行测定，实验结果表明，本方法检出限低，准确性高，适用于高纯钽中Ni、B杂质元素含量的快速定量测试。

1　实验部分

1.1　仪器与试剂

PQMS四极杆电感耦合等离子体质谱仪（德国Jena公司）、AB204-N电子天平（美国METTLER TOLEDO公司）、移液枪（德国eppendorf公司）、C-MAG HP10加热板（德国IKA公司）。

硝酸、氢氟酸、氨水均为国药集团化学试剂有限公司优级纯试剂，硼单元素标准储备溶液（100 mg/L，中国计量科学研究院）、镍单元素标准储备溶液（1 000 mg/L，国防科技工业应用化学一级计量站）、实验室所用超纯水由Milli-Q系统（电阻率为18.2 MΩ·cm，美国Millipore公司）制备。

实验样品来自山东非金属材料研究所制备的产品，编号A。

1.2　仪器工作条件

检测前使用调谐液对仪器进行调谐，使仪器达到最佳水平，优化指标达到JJF 1159四极杆电感耦合等离子体质谱仪校准规范的要求，经优化后仪器参数见表1。

表1　仪器工作条件

Table 1　Operating conditions of the instrument

Parameters	Normal mode
RF power/kW	1.36
Plasma gas flow rate/(L·min^{-1})	9.0
Auxiliary gas flow rate/(L·min^{-1})	1.50
Nebulizing gas flow rate/(L·min^{-1})	0.88
Sampling depth/mm	5.0
Pumping rate/(r·min^{-1})	15
Steady delay time/s	30
Gas source for the intercepting cone	No
Gas flow rate of the intercepting cone/(mL·min^{-1})	0

1.3　实验方法

1.3.1　样品前处理方法

(a)样品溶解

准确称取样品A 1.0 g(精确至0.1 mg)于洁净的聚四氟烧杯中，加入1 mL硝酸、10 mL氢氟酸于加热板上100 ℃缓慢加热至样品完全溶解，然后180 ℃蒸发至近干，随后用10%硝酸转移至25 mL容量瓶中，摇匀待用，得到溶液B。同时做平行样及空白样实验。

(b)基体消除

移取(a)中溶液B于洁净锥形瓶中，滴加1+1氨水，调节溶液pH值至10，冷却后过滤去除沉淀，得到滤液C；向滤液C中滴加体积分数为10%的硝酸调节pH值至6，得到滤液D。重复上述步骤，直至滴加氨水时不产生沉淀，调节pH值至4得滤液E为待测溶液。

1.3.2　标准溶液配制

准确移取母液浓度为1 000 μg/mL的GBW(E)080536 镍标准溶液0.1 mL，母液浓度为100 μg/mL的GBW(E)080217 硼标准溶液1 mL于洁净100 mL PP材质容量瓶中，用去离子水稀释至刻度，摇匀，得到镍、硼浓度为1 000 ng/mL 的标准母液C，准确移取标准母液C 0.1、0.2、0.4、0.8、2.0 mL于洁净100 mL PP材质容量瓶中，用去离子稀释至刻度摇匀，得到镍、硼浓度为1、2、4、8、20 ng/mL的系列标准溶液。

2 结果与讨论

2.1 样品溶解用酸的选择

高纯钽性质稳定，耐酸碱，常规硝酸、盐酸等单一体系难以溶解。本实验研究了1.0 g样品不同酸溶体下的溶解效果。实验结果见表2。

表2 不同溶解用酸的溶解效果

Table 2 Dissolution effect of different dissolving acids

Acid system	Ratio	Dissolution effect	Dissolution effect after heating
Hydrofluoric acid		The initial reaction was severe, and the insoluble substance was found in the later stage	Insoluble matter does not dissolve
Nitric acid+hydrochloric acid	1∶10—10∶1	No obvious reaction was observed	No obvious reaction was observed
Nitric acid+hydrofluoric acid	1∶10	Slow dissolution	Rapid dissolution
Hydrochloric acid+hydrofluoric acid	1∶10	Slow dissolution	Rapid dissolution

实验结果表明，单一酸体系无法完全溶解样品，硝酸＋氢氟酸体系在加热条件下可迅速溶解样品。最终确定溶解1.0 g样品时，选择1 mL硝酸、10 mL氢氟酸，作为溶解用酸。

2.2 基体效应影响

实验以6 ng/mL B、Ni为研究对象，配制6份通过添加Ta浓度为0、50、100、200、500、1 000 ng/mL的钽基体，考察了B10、B11、Ni60、Ni61、Ni62受到钽基体的干扰情况，结果见图1。

由图1可以看出，在实验研究范围内Ta对硼的干扰基本成线性，而对镍的干扰呈现先增大后趋近稳定的情况。在钽基体浓度低于100 ng/mL时，钽对硼、镍的干扰程度低于10%，超过这一浓度后，硼含量会随着钽基体浓度的增大而增大，而镍会趋近于17%。样品A中钽与N、Ni的含量比例远大于100∶6，因此需要考虑基体干扰带来的影响。常规方法有基体消除、基体匹配、内标法等。由于该样品为高纯钽，基体匹配法所用高纯钽不易得，且高基体会对质谱仪造成污染。项目组以内标法进行研究(图2)，发现钽基体200 ng/mL以内是内标法数据结果良好，但随着钽基体继续增加，B(以Li为内标)结果也有逐渐增大趋势，而Ni(以Sc为内标)校正结果逐渐减小趋势。实验选定Ni60和B11为研究对象。

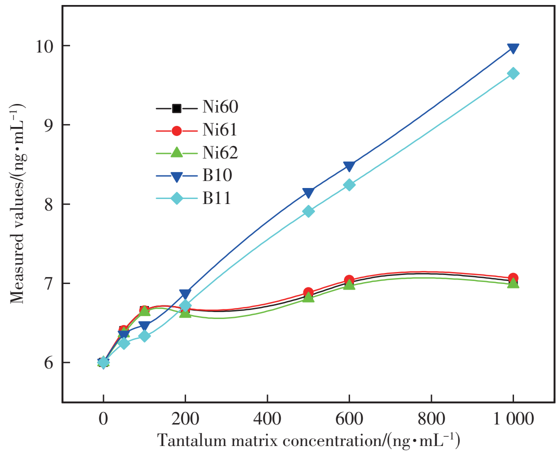


图1 不同Ta基体浓度对测定结果影响

Figure 1 Influence of Ta matrices with different concentrations on the determination results of other elements.

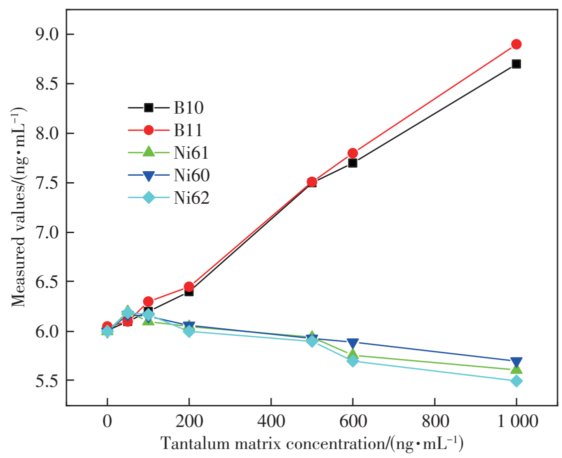


图2 不同Ta基体浓度对测定结果影响(内标校正)

Figure 2 The influence of different Ta matrix concentrations on the determination results (with internal standard calibration).

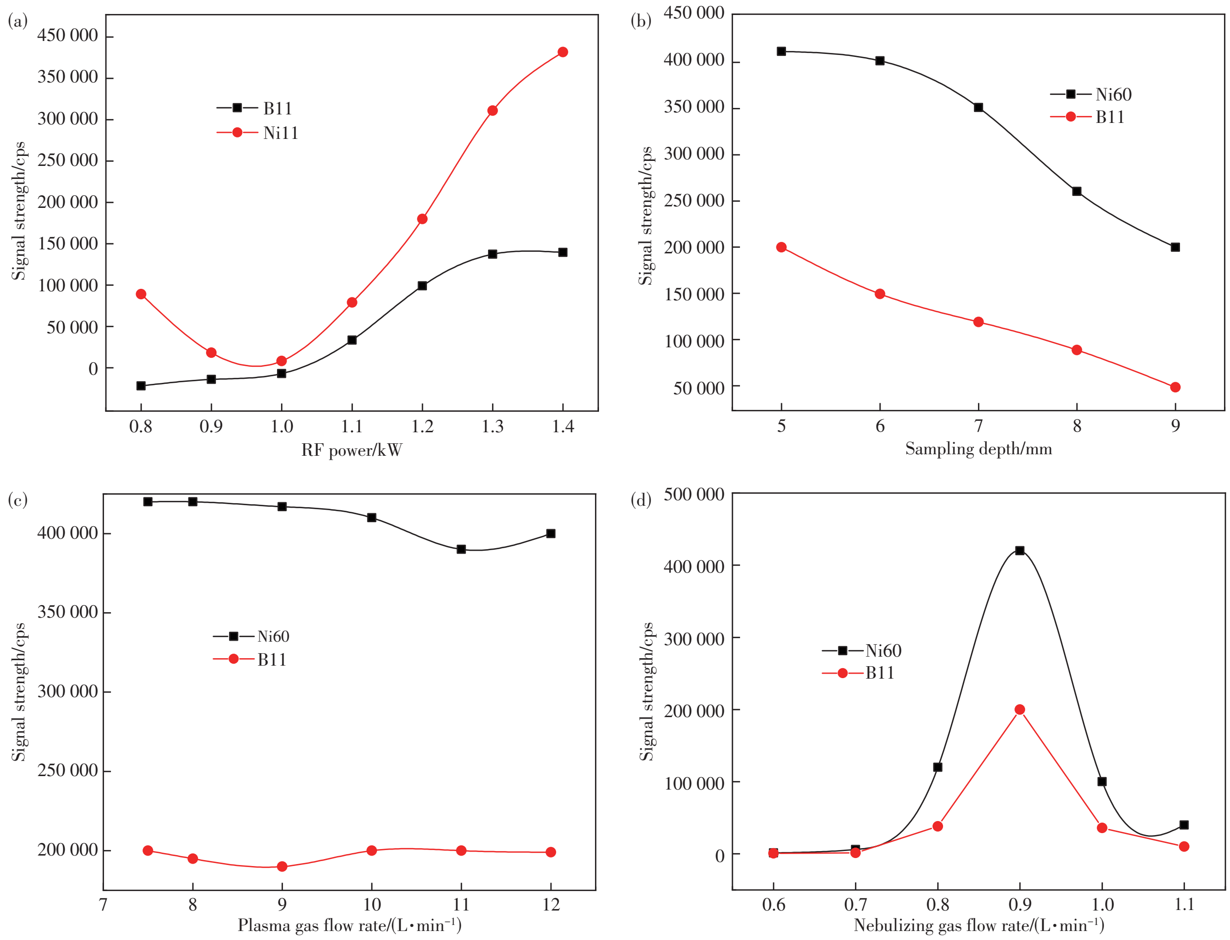
2.3 基体分离研究

为获得最佳分离效果，同时确保待测组分不受干扰，开展基体分离条件研究。考察pH值在6～10的分离效果及对待测组分的影响。研究表明在pH=6～10内，随着pH值增加，基体分离效果递增，在pH值达到10时，可沉淀掉99.99%以上的基体。同时对待测的Ni、B未产生明显干扰。

2.4 仪器参数的优化研究

项目组研究了功率0.8～1.4 kW、采样深度5～9 mm、等离子体气流量7.5～12 L/min、雾化气流量0.6～1.1 L/min对测试的影响。具体结果见图3。

研究结果表明功率提升或减少采样深度可以增加信号强度，但考虑到过大的功率会导致等离子体不稳定，并会影响仪器固件寿命，采样深度过小会导



a: Influence of power on test results; b: Influence of sampling depth on test results; c: Influence of plasma gas flow on test results; d: Influence of nebulizing gas flow on test results

图3　仪器参数调整对信号强度影响

Figure 3　Influence of instrument parameter adjustment on signal intensity.

致仪器异常熄火，二者设置不宜过大或过小。等离子气流量在7.5～12 L/min未发现明显改变，而雾化气流量0.6～1.1 L/min中间0.88 L/min时信号强度较高，越往两侧强度越低，可能的原因是较低或较高的雾化气流量均会影响溶液的雾化效率，导致进入矩管中的待测样品减少。

最终选定RF功率1.36 kW、采样深度5 mm、等离子气流量9.0 L/min、雾化气流量0.88 L/min作为仪器分析参数，其他条件按照仪器推荐参数进行设置。

2.5　线性方程与检出限

对配制的Ni、B系列标准工作溶液进行测定，以质量浓度为横坐标，质谱强度(cps)为纵坐标绘制标准曲线，以连续测定10份空白溶液的标准偏差3倍作为检出限，线性方程、相关系数及检出限结果列于表3。

由表3可以看出，Ni、B标准溶液的浓度在0～10 ng/mL质量浓度与质谱信号强度线性关系良好，标准曲线线性相关系数分别为0.999 4、0.999 8。Ni检出限为0.3 ng/g，B检出限为1.2 ng/g。

表3　Ni、B线性范围、线性方程、相关系数、检出限、定量限

Table 3　Ni, B linear range, linear equation, correlation coefficient, limits of detection, limits of quantitation

Elements	Linear range/(ng·mL^{-1})	Linear equation	Correlation coefficient	Limits of detection/(ng·g^{-1})	Limits of quantitation/(ng·g^{-1})
Ni	0—10	y=79201x+95.734	0.999 4	0.3	1.0
B	0—10	y=28989x+16662	0.999 8	1.2	3.9

2.6 精密度实验

按照实验方法对高纯钽样品进行6次测定，Ni、B测定值的相对标准偏差(RSD)分别为1.7%、2.2%。说明本方法精密度良好。具体结果见表4。

2.7 准确度验证

采用加标回收率验证方法准确度，向待测样品中分别加入50、100、150 ng/g待测元素，实验结果见表5。

表4 高纯钽中Ni、B含量精密度测定结果

Table 4 Precision test results of Ni and B contents in high-purity Ta

Elements	Measured value/($ng \cdot g^{-1}$)						Mean value/($ng \cdot g^{-1}$)	*RSD*/%
Ni	73	75	74	73	73	76	74.0	1.7
B	66	66	68	67	65	69	66.8	2.2

表5 高纯钽中Ni、B含量加标回收试验测定结果

Table 5 Spiked recovery test for Ni and B contents in high-purity Ta

Serial number	Elements	Initial content/($ng \cdot g^{-1}$)	Addition standard content/($ng \cdot g^{-1}$)	Measured value after adding standard/($ng \cdot g^{-1}$)	Recoveries/%
1			50	122	96.0
2	Ni	74	100	177	97.0
3			150	225	101
4			50	116	98.0
5	B	67	100	170	103
6			150	225	105

表5可看出测定方法回收率在96.0%～105%，表明本方法准确度可靠，实验结果与辉光放电质谱法进行了对比，结果基本一致(表6)，进一步说明本方法准确度高，可满足实验室测试准确度要求。

表6 准确度实验结果

Table 6 Results of the accuracy test

Elements	The values were determined by separation matrix and inductively coupled plasma mass spectrometry/($ng \cdot g^{-1}$)	The values were determined by glow discharge mass spectrometry/($ng \cdot g^{-1}$)
Ni	74	79
B	67	71

3 结论

本文建立了一种基体分离-电感耦合等离子体质谱法测定高纯钽中Ni、B含量方法。针对高纯钽基体对杂质元素测定过程的干扰，选择氨水将钽基体去除，消除钽的质谱干扰。检测时采用最RF功率1.36 kW、采样深度5 mm、等离子气流量9.0 L/min、雾化气流量0.88 L/min对样品进行检测，获得了满意的测试结果。本方法准确性高，并克服了在较高基体浓度下，内标校准效果不佳的缺点，适用于高纯钽中Ni、B杂质元素含量的快速定量测试。

参考文献

[1] 吴全兴. 钽及其合金的用途[J]. 稀有金属快报，2002(3)：23-24.
WU Quanxing. Uses of tantalum and its alloys[J]. Rare Metal Letters，2002(3)：23-24.

[2] 左更. 中国钽铌市场发展现状及未来展望[J]. 冶金经济与管理，2023(5)：4-7.
ZUO Geng. The current state and future outlook of tantalum-niobium market in China[J]. Metallurgical Economics and Management，2023(5)：4-7.

[3] 何金江，吕保国，贾倩，等. 集成电路用高纯金属溅射靶材发展研究[J]. 中国工程科学，2023，25(1)：79-87.
HE Jinjiang，LYU Baoguo，JIA Qian，et al. Research on the development of high-purity metal sputtering targets for integrated circuits[J]. Engineering Science，2023，25(1)：79-87.

[4] 刘大伟，张久兴，黄蕾，等. SPS制备难熔钼及钼钽溅射靶材的组织和性能[J]. 硬质合金，2022，39(1)：12-20.
LIU Dawei，ZHANG Jiuxing，HUANG Lei，et al. Microstructure and properties of refractory molybdenum and molybdenum tantalum sputtering targets prepared by SPS[J]. Hard Alloy，2022，39(1)：12-20.

[5] 黄甘，潘舒婷，邱健. 多孔钽的临床应用及其在骨组织工程中的新发展[J]. 材料，2021，14(10)：2647. https://www.mdpi.com/1996-1944/14/10/2647.

HUANG Gan, PAN Shuting, QIU Jian. The clinical application of porous tantalum and its new development for bone tissue engineering[J]. Materials, 2021, 14(10): 2647. https://www.mdpi.com/1996-1944/14/10/2647.

[6] 杨振宇，朱江奇，闫星辰. 3D打印钽医用金属材料[J]. 金属世界，2023(6)：16-23.
YANG Zhenyu, ZHU Jiangqi, YAN Xingchen. 3D printing of tantalum medical metal materials[J]. Metal World, 2023(6): 16-23.

[7] 庞小肖，原慷，彭浩然，等. 感应等离子制备喷涂靶材用球化钽粉工艺研究[J]. 有色金属工程，2022，12(8)：1-8.
PANG Xiaoxiao, YUAN Kang, PENG Haoran, et al. Study on the process of spheroidized tantalum powder for sputtering target by inductive plasma process[J]. Nonferrous Metals Engineering, 2022, 12(8): 1-8.

[8] 邓超. 多晶高纯钽板轧制变形与退火行为研究[D]. 重庆：重庆大学，2014.
DENG Chao. Research on rolling deformation and annealing behavior of polycrystalline high-purity tantalum plates[D]. Chongqing: Chongqing University, 2014.

[9] 刘宁，杨辉，姚力军，等. 集成电路用大尺寸高纯钽靶材的制备工艺进展[J]. 集成电路应用，2018，35(2)：24-28.
LIU Ning, YANG Hui, YAO Lijun, et al. Progress in preparation technology of large-size high-purity tantalum target materials for integrated circuits[J]. Application of Integrated Circuits, 2018, 35(2): 24-28.

[10] 朱云天. 钴、钽和钴钽锆磁控溅射靶材加工过程组织结构演变及调控[D]. 长沙：中南大学，2022.
ZHU Yuntian. Microstructure evolution and control during the processing of cobalt, tantalum and cobalt tantalum zirconium magnetron sputtering target materials[D]. Changsha: Central South University, 2022.

[11] 张峻，何宗鹏，张彬彬，等. 航天大功率器件的钽皮抗辐照加固[J]. 航天制造技术，2015(4)：32-34.
ZHANG Jun, HE Zongpeng, ZHANG Binbin, et al. Radiation hardening of tantalum coating on high-power aerospace devices[J]. Aerospace Manufacturing Technology, 2015(4): 32-34.

[12] 郑欣，白润，王东辉，等. 航天航空用难熔金属材料的研究进展[J]. 稀有金属材料与工程，2011，40(10)：1871-1875.
ZHENG Xin, BAI Run, WANG Donghui, et al. Research progress in refractory metals for aerospace applications[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2011, 40(10): 1871-1875.

[13] 邹林燕，刘正伟，彭军华. 钽粉中杂质含量影响因素分析[J]. 福建冶金，2025，54(1)：26-28.
ZOU Linyan, LIU Zhengwei, PENG Junhua. Analysis of factors affecting impurity content in tantalum powder[J]. Fujian Nonferrous Metals, 2025, 54(1): 26-28.

[14] 郑鹏，赵春霞，王小明，等. 磁选对钽粉性能影响的研究[J]. 湖南有色金属，2021，37(1)：55-57，72.
ZHENG Peng, ZHAO Chunxia, WANG Xiaoming, et al. Study on the effect of magnetic separation on tantalum powder properties[J]. Hunan Nonferrous Metals, 2021, 37(1): 55-57, 72.

[15] 赵春霞，赵勇刚，王晓明，等. 金属杂质含量对钽粉电性能影响的研究[J]. 湖南有色金属，2019，35(1)：48-50，80.
ZHAO Chunxia, ZHAO Yonggang, WANG Xiaoming, et al. Influence of metallic impurities on the electrical properties of tantalum powder[J]. Hunan Nonferrous Metals, 2019, 35(1): 48-50, 80.

[16] 张嘉祺，巩琛，冯典英，等. 钽及其化合物中元素分析方法研究进展[J]. 山东化工，2024，53(7)：94-96.
ZHANG Jiaqi, GONG Chen, FENG Dianying, et al. Research progress on elemental analysis methods in tantalum and its compounds[J]. Shandong Chemical Industry, 2024, 53(7): 94-96.

[17] 李淑兰，任凤莲，陈莉，等. 分离基体ICP-AES法测定高纯钽及其氧化物中杂质元素[J]. 中南工业大学学报(自然科学版)，2000(3)：242-245.
LI Shulan, REN Fenglian, CHEN Li, et al. Determination of impurity elements in high-purity tantalum and its oxides by ICP-AES with matrix separation[J]. Journal of Central South University of Technology (Natural Science Edition), 2000(3): 242-245.

[18] 高冰心，黄金. ICP-AES法测定钽粉中8种杂质元素[J]. 稀有金属，2010(增刊1)：93-96.
GAO Bingxin, HUANG Jin. Determination of 8 impurity elements in tantalum powder by ICP-AES[J]. Chinese Journal of Rare Metals, 2010(Suppl. 1): 93-96.

[19] 张颖. ICP-OES测定高纯钽、铌化合物中杂质元素的分析方法研究[D]. 长沙：中南大学，2005.
ZHANG Ying. Research on the analytical method of determining impurity elements in high-purity tantalum and niobium compounds by ICP-OES[D]. Changsha: Central South University, 2005.

[20] 徐洪柳. 电感耦合等离子发射光谱法对尼日利亚铌钽锂矿石的检测方法探究[J]. 中国无机分析化学，2020，10(3)：33-38.
XU Hongliu. Detection of lithium niobium tantalum from niobium ore in Nigeria by inductively coupled plasma emission spectrometry[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2020, 10(3): 33-38.

[21] 王志清，侯艳霞，杨国武，等. 电感耦合等离子体串联质谱法测定高纯钽、高纯钨、高纯钼中痕量硅[J]. 冶金分析，2023，43(8)：31-37.

WANG Zhiqing, HOU Yanxia, YANG Guowu, et al. Determination of trace silicon in high-purity tantalum, high-purity tungsten and high-purity molybdenum by inductively coupled plasma tandem mass spectrometry[J]. Metallurgical Analysis, 2023, 43(8): 31-37.

[22] 郭鹏. 电感耦合等离子体质谱法测定高纯氧化钽中28种痕量杂质元素[J]. 分析试验室, 2008, 27(3): 106-109.
GUO Peng. Determination of 28 trace impurity elements in high-purity tantalum oxide by inductively coupled plasma mass spectrometry[J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory, 2008, 27(3): 106-109.

[23] 李振, 毋喆, 王君玉, 等. 混酸分解-电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法测定地质样品中铌钽锂铍铷钨[J]. 中国无机分析化学, 2024, 14(4): 436-442.
LI Zhen, WU Zhe, WANG Junyu, et al. Determination of niobium, tantalum, lithium, beryllium, rubidium and tungsten in geological samples by mixed acid decomposition-inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) [J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2024, 14(4): 436-442.

[24] 全国有色金属标准化技术委员会. 高纯钽化学分析方法 痕量杂质元素的测定 电感耦合等离子体质谱法: YS/T 898—2013 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2014.
National Nonferrous Metals Standardization Technical Committee. Method for chemical analysis of high purity tantalum: determination of trace impurity elements: inductively coupled plasma mass spectrometry: YS/T 898—2013 [S]. Beijing: Standards Press of China, 2014.

[25] 刘翰晟. 高纯钽中微量杂质元素的ICP-AES和AAS法测定[J]. 上海金属: 有色分册, 1992(3): 58.
LIU Hansheng. Determination of trace impurity elements in high-purity tantalum by ICP-AES and AAS methods[J]. Shanghai Metals (Nonferrous Metals Edition), 1992(3): 58.

[26] 陈刚, 葛爱景, 卓尚军, 等. 高纯钽的辉光放电质谱多元素分析[J]. 质谱学报, 2007, 28(1): 36-39.
CHEN Gang, GE Aijing, ZHUO Shangjun, et al. Glow discharge mass spectrometry multi-element analysis of high-purity tantalum[J]. Journal of Chinese Mass Spectrometry Society, 2007, 28(1): 36-39.

[27] 全国有色金属标准化技术委员会, 高纯钽化学分析方法 痕量杂质元素的测定 辉光放电质谱法: YS/T 899—2013[S]. 北京: 中国标准出版社, 2014.
National Nonferrous Metals Standardization Technical Committee. Method for chemical analysis of high purity tantalum: determination of trace impurity elements: glow discharge mass spectrometry: YS/T 899—2013[S]. Beijing: Standards Press of China, 2014.

[28] 王爽, 白杉, 徐平, 等. 辉光放电质谱法在高纯材料分析中的应用[J]. 中国无机分析化学, 2019, 9(2): 24-34.
WANG Shuang, BAI Shan, XU Ping, et al. Application of glow discharge mass spectrometry in the analysis of high-purity materials[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2019, 9(2): 24-34.

[29] 刘婷, 白焕焕, 雷小燕, 等. 电感耦合等离子体质谱法测定高纯五氧化二钽中20种痕量杂质元素[J]. 理化检验-化学分册)2017, 53(4): 451-455.
LIU Ting, BAI Huanhuan, LEI Xiaoyan, et al. ICP-MS determination of 20 trace impurity elements in high purity tantalum pentoxide[J]. Physical Testing and Chemical Analysis (Part B: Chemical Analysis), 2017, 53(4): 451-455.

[30] 吕婷, 陶美娟. 电感耦合等离子体质谱法测定高纯钽中21种痕量元素[J]. 分析仪器, 2020(2): 48-54.
LYU Ting, TAO Meijuan. Determination of 21 trace elements in high purity tantalum by ICP-MS[J]. Analytical Instrumentation, 2020(2): 48-54.

Determination of Ni and B Contents in High-purity Tantalum by Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry with Matrix Separation

GONG Chen, HUANG Hui*, ZHANG Jiaqi, MIAO Shihai, LI Ying, LI Bentao

(*Shandong Institute of Non-metallic Materials, Ji'nan, Shandong 250031, China*)

Abstract In view of the interference problem caused by the matrix in the determination of impurity elements during the testing process of high-purity tantalum, a matrix separation-inductively coupled plasma mass spectrometry (MS) method was developed to measure the content of impurity elements in high-purity tantalum. After wet digestion, the samples were subjected to matrix separation, which effectively eliminated the mass spectrometry interference of the tantalum matrix on impurities. This method examined the interference scenarios of several influencing factors, including matrix interference ranging from 0 to 1 000 ng/mL, instrument power from 0. 8 to 1. 4 kW, sampling depth from 5 to 9 mm, plasma gas flow rate from 7. 5 to 12 L/min, and nebulizer gas flow rate from 0. 6 to 1. 1 L/min, and the optimal analytical conditions were subsequently determined. The results demonstrated that under the conditions of matrix separation, with an RF power of 1. 36 kW, a sampling depth of 5 mm, a plasma gas flow rate of 9. 0 L/min, and a nebulizer gas flow rate of 0. 88 L/min, the instrument achieved its optimal analytical and testing state. In this state, the correlation coefficients of the calibration curve equations for both Ni and B exceeded 0. 999. The Limits of Detection (LOD) were calculated to be 0. 3 ng/g and 1. 2 ng/g for Ni and B, respectively. The spiked recoveries ranged from 96. 0% to 105%, and the relative standard deviations (RSD) of sample testing were less than 3% (n=10). This method features a low limit of detection, and high accuracy, making it highly suitable for the rapid quantitative determination of Ni and B impurity elements in high-purity tantalum.

Keywords inductively coupled plasma mass spectrometry; high purity tantalum; matrix separation

HIGHLIGHTS

1) The nitric acid-hydrofluoric acid system was used to dissolve the insoluble high-purity tantalum metal to obtain a clear solution.
2) Ammonia water was used to remove tantalum from the system to eliminate the mass spectrometry interference of tantalum during the testing process.
3) The optimal analysis conditions was obtained through parameter optimization research.