

iCAP 7000 Series 测定高纯氧化钆中镱和镥

李晓波

赛默飞世尔科技（中国）有限公司

简介

高纯氧化钆在现代制造业得到重要的应用，它是特殊发光材料和磁泡记忆存储器的主要原料；氧化钆与镧一起使用，有助于提高玻璃的热稳定性；钆及其合金可作为固态磁致冷介质促进了磁制冷技术的发展。国标 GB/T18115.7-2006 中稀土金属及其氧化物中稀土杂质化学分析方法中，其方法一为 ICP 发射光谱法，但 Yb 和 Lu 的测定下限为 0.0010%；方法二中为 ICP 质谱法，但 Yb 和 Lu 都受 Gd 各同位素的氧化物离子严重干扰，国标采用了 C272 微型分离 Gd 基体后测定。本方法使用 ICP 光谱水平观测方式，通过对基体效应，谱线选择以及采用基体匹配，可以满足氧化钆中 $\mu\text{g/g}$ 级 Yb 和 Lu 的测定。其它稀土杂质使用 iCAP Q ICPMS KED 模式测定，得到理想的结果。

实验部分

仪器介绍

Thermo Scientific iCAP 7000 Series 电感耦合发射光谱仪

Thermo Scientific™ iCAP™ 7000 系列 ICP-OES 是基于 Thermo Scientific 系列 ICP-OES 的核心技术，具有高性能、多用途以及高产能等特点。采用最新技术设计，其优越的性能可以满足合规分析、大量和日常液体分析。

- 双向观测方式，在耐基体效应同时获得优异的检出限
- RACID86 检测器，紫外量子化效率高
- 新型固态 RF 发生器采用变频快速匹配，适合于有机、高基体等样品直接进样
- 高分辨率，200nm 处光学分辨率为 0.007nm
- 高效快速分析，以及实时的背景校正技术，可在 1 分钟内完成多达 60 个元素的测定
- Thermo Scientific™ Qtegra™ 智能科技数据处理方案 (ISDS) 软件平台集成了工作流程、数据管理、可扩展性和合规性



方法提要

5N 氧化钆样品经稀硝酸消解后，用标准加入法 ICP 光谱测定。

试剂和标准溶液

- 硝酸 (Trace Metal Grade, Fisher Scientific)
- 18.2 兆欧去离子水
- 稀土混合元素标准溶液 (10mg/L, Spex)

样品及标准溶液配置

称取约 0.1g 经过 900°C 灼烧 1 小时的 5N 高纯氧化钆样品置于 60ml HDPE 塑料瓶中，用 5ml 去离子水湿润，加 5ml HNO₃ 水浴加热消解，样品溶解后冷却，稀释至 50g。分别取上述消解液 4 份，分别加入混合稀土标准溶液，配置成加标 0, 2, 5 和 10ng/ml 溶液，样品导入到 ICP 测定。

仪器参数

表 1. 仪器参数

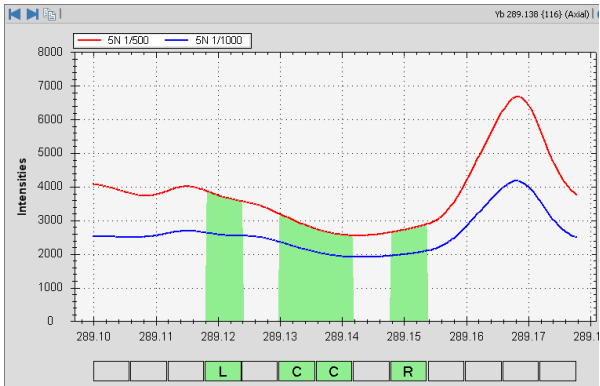
仪器条件	iCAP 7400Duo	iCAP Qc
观测方式	水平	NA
RF 功率	1150 W	1550W

仪器条件	iCAP 7400Duo	iCAP Qc
载气流量	0.50 L/min	1.10L/min
泵速	40 rpm	40 rpm
雾化器	同心雾化器	PFA ST
雾化室	旋流雾化室	2.7℃ 制冷石英雾室
炬管中心管	石英, 2.0mm	石英 2.8mm
积分时间 (Dwell Time)	15 秒	20ms
CCT KED	NA	He 4ml/min 3V

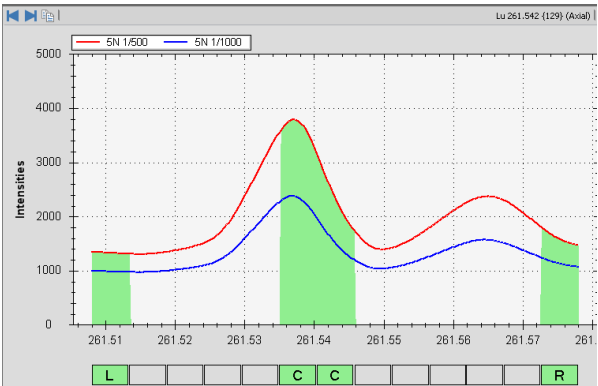
方法讨论

1、基体效应和谱线选择

对 Yb 和 Lu 分别选取 3 条灵敏度较高的谱线，Yb 328.937nm 289.138nm 和 297.056nm，Lu 261.542nm 291.139nm 和 307.760nm。在上述等离子体条件下测定，比较含 2mg/ml 和 1mg/ml 氧化钪基体的样品溶液光谱图。Yb 和 Lu 的 3 条谱线受 2mg/ml 的 Gd 基体严重，降低基体浓度至 1mg/ml，最终选择 Yb 289.138 和 Lu 261.542nm 谱线测定。见下图：



Yb 289.138nm 2mg/ml 和 1mg/ml Subarray 图



Lu261.542nm 2mg/ml 和 1mg/ml Subarray 图

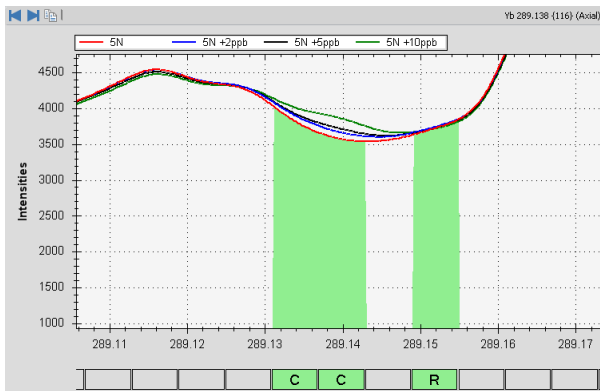
2、等离子体条件选择

对于 1mg/ml 钪基体加标 10ng/ml 溶液进行等离子体载气流速和功率选择实验，等离子体功率分别为 1150 和 1250w，载气流速分别为 0.6, 0.5 和 0.4L/min。结果显示，当功率提高到 1250w，钪基体的背景线较 1150w 明显抬高。随着载气流量降低，待测元素谱线信号增强，但当低于 0.5L/

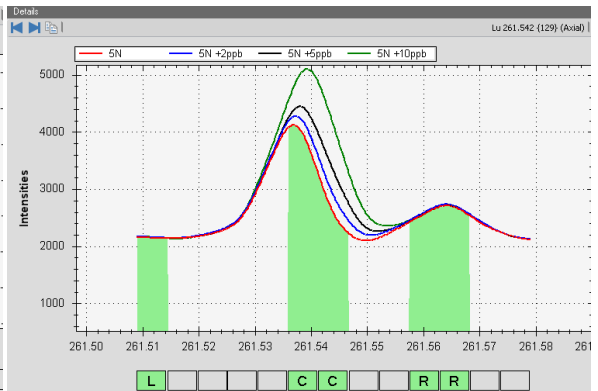
min 时，稳定性变差，尤其是 Yb 289.138nm。

3、基体匹配线性性

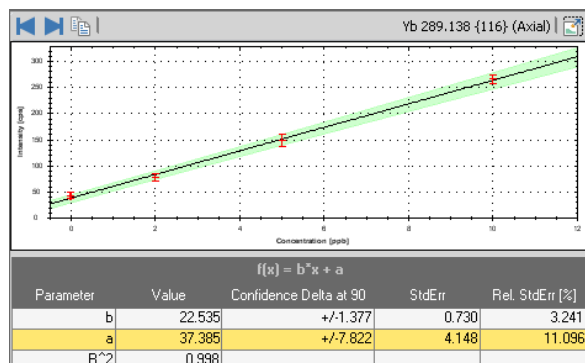
在 1mg/ml 的 5N 氧化钪溶液中，分别加标 0, 2, 5 和 10ng/ml 混合稀土标准溶液，经实时背景校正，得到谱线 subarray 图和线性回归图：



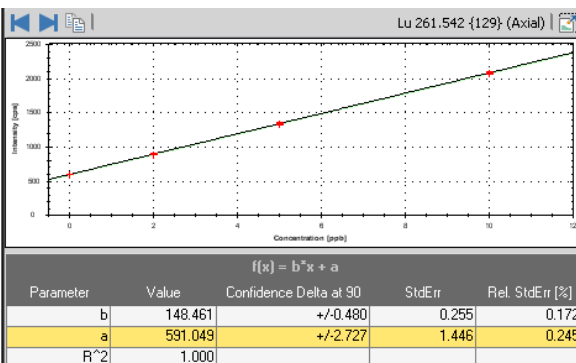
Yb289.138nm 加标 2、5 和 10ng/ml 的 Yb 289.138nm subarray 图



Lu261.542nm 加标 2、5 和 10ng/ml 的 Lu261.542nm subarray 图



Yb289.138nm 0, 2, 5, 10ng/ml 的线性回归



Lu 261.542nm 0, 2, 5, 10ng/ml 的线性回归

测定结果

实测样品结果：对 4N 氧化钪样品进行测定，结果见下表：

4N 样品	Yb	Lu
测定浓度 ug/g	1.2	0.13

ICPMS 结果：

4N 样品	89Y	139La	140Ce	141Pr	146Nd	147Sm	153Eu
测定浓度 ug/g	0.26	0.07	0.03	0.01	0.06	0.02	2.4
4N 样品	159Tb	163Dy	165Ho	166Er	169Tm		
测定浓度 ug/g	8.1	0.84	0.01	0.01	1.3		

稳定性：对 1mg/ml 4N 样品加标 2ng/ml 连续测定 10 次，得到稳定性结果见下图：

实验结论

iCAP7000 ICPOES 水平观测灵敏度，通过等离子条件选择，并选择合适的测定谱线并结合基体匹配可抑制了钪基体背景的干扰。在不采用过柱分离基体的情况，配合 ICPMS 测定，可以满足 4N 和 5N 的高纯氧化钪中稀土杂质测定的要求。

		Yb289.138nm	Lu261.542nm	
1/22/2014 2:33:04 PM	UNKNOWN	4N +2ppb	2.994	1.977
		1	3.533	1.978
		2	3.358	2.021
		3	2.708	1.962
		4	2.323	1.887
		5	2.744	1.988
		6	3.124	1.996
		7	3.260	1.979
		8	3.459	2.023
		9	2.533	1.925
		10	2.894	2.012
		Mean:	3.0	2.0
		RSD [%]	13.8	2.2
		SD:	0.4	0.0

赛默飞世尔科技（中国）有限公司

免费服务热线：800 810 5118
400 650 5118 (支持手机用户)

ThermoFisher
SCIENTIFIC