

电热消解 & 微波消解 -ICP-OES 法测定镨钕氧化物中 13 种稀土杂质

前言

氧化镨钕是金属镨钕（即镨钕合金）的原料，氧化镨钕高温融化加工后形成金属镨钕。后者广泛应用于磁性材料，颜料，催化剂和电子材料等领域。

本解决方案参考《GB/T 26417-2010 镨钕合金及其化合物化学分析方法 稀土配分量的测定》，采用 EH45C 电热板或者微波消解仪 REVO 进行前处理，电热板控温准，批量大，防腐蚀；微波消解用酸少，升温快，消解效率高。处理好的消解液采用 LabICP 1000 型电感耦合等离子体光谱仪（ICP-OES）分析镨钕合金或其氧化物中的稀土元素杂质。

LabICP 1000 型 ICP-OES 可根据元素含量和灵敏度的高低赋予适当的高压增益，很好的解决样品中不同元素含量高低的问题，同时垂直炬管减少盐分沉积，径向观测适合高基体样品的检测，尤其是全光谱段高分辨率的优势，明显降低了谱线重叠和光谱干扰。

关键词：

莱伯泰科国产化方案；电热板；微波消解仪；镨钕氧化物；ICP-OES

1. 仪器设备和试剂耗材

仪器设备	Acid6 全自动加液仪，莱伯泰科 EH45C 石墨电热板，莱伯泰科 REVO 微波消解仪，莱伯泰科 MiniLab3000 全自动液体处理平台，莱伯泰科 Lab ICP 1000 型电感耦合等离子体光谱仪，莱伯泰科
试剂标液	盐酸，双氧水均优级纯 高纯氧化镨（REO>99.5%）；高纯氧化钕（REO>99.5%） 其它待测稀土单标 100ug/mL:Dy、Ho、Gd、La、Ce、Tm、Eu、Er、Tb、Yb、Y、Sm、Lu：



2. 实验过程

2.1 标准曲线配置

将购买的标准品按照表 1 设置标曲梯度配置标准工作曲线。

表 1 混标溶液的组成和浓度 (μg/mL)

	Pr6O11	Nd2O3	La	Ce	Sm	Eu	Gd	Tb
STD0	200	800	0	0	0	0	0	0
STD1	200	800	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
STD2	200	800	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu	Y	
STD0	0	0	0	0	0	0	0	
STD1	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	
STD2	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	

2.2 样品准备

2.2.1 电热消解

称取 0.2500g 样品于洁净干燥的聚四氟乙烯坩埚中, 加入 10mL 盐酸, 0.5mL 双氧水, 在电热板上 150°C 加热消解至完全清亮, 将坩埚取下, 稍冷, 用纯水冲洗坩埚底部及内壁, 冲洗 3 次将冲洗液转移至 50.0mL 容量瓶中定容, 摇匀待测。

2.2.2 微波消解

称取 0.2500g 样品于洁净干燥的聚四氟乙烯消解管中, 加入 6mL 盐酸, 0.5mL 双氧水, 按表 2 中的温度程序进行加热, 程序结束后稍冷, 用纯水冲洗消解管底部及内壁, 冲洗 3 次将冲洗液转移至 50.0mL 容量瓶中定容, 摇匀待测。

表 2 微波升温程序

步骤	时间	温度	功率
1	10 min	120°C	1500W
2	5 min	120°C	1500W
3	5 min	180°C	1500W
4	15 min	180°C	1500W

2.3 检测参数

2.3.1 ICP-OES 参考条件

表 3 仪器分析参数

参数	设置	参数	设置
RF 功率	900W	观测方式	径向
等离子体气流量	10.5 L/min	雾化器	石英同心雾化器
载气流量	0.8 L/min	雾化室	斯考特雾化室
辅气流速	0.2 L/min	蠕动泵转速	40 rpm

3. 实验结果

表 4 测试方法检出限及结果

氧化物项目	分析线 /nm	方法检出限 (μg/mL)	检测结果 (mg/kg)
氧化镧 /La ₂ O ₃	333.749	0.01	< DL
氧化铈 /CeO ₂	413.765	0.02	< DL
氧化钐 /Sm ₂ O ₃	442.434	0.03	< DL
氧化铕 /Eu ₂ O ₃	272.778	0.004	< DL
氧化钆 /Gd ₂ O ₃	310.050	0.01	< DL
氧化铽 /Tb ₄ O ₇	332.440	0.04	< DL
氧化镝 /Dy ₂ O ₃	340.780	0.01	< DL

氧化钬 /Ho ₂ O ₃	341.646	0.01	< DL
氧化铒 /Er ₂ O ₃	326.478	0.007	< DL
氧化铥 /Tm ₂ O ₃	313.126	0.005	< DL
氧化镱 /Yb ₂ O ₃	289.138	0.003	< DL
氧化镨 /Lu ₂ O ₃	261.542	0.001	< DL
氧化钇 /Y ₂ O ₃	324.228	0.002	0.8
方法检出限 MDL: 使用标准溶液 STD0 点重复测定 11 次, 取 3 倍 SD (以元素计)			

4. 方案特点

- EH45C 石墨电热板, 具有升温快、控温准, 轻松应对大批量消解;
- REVO 微波消解仪单批次可消解 40 个样品, 单次升温在 40min 分钟左右, 升温快效率高;
- LabICP 1000 在全光谱范围内恒定高分辨, 可轻松应对谱线密集且干扰严重的稀土、贵金属、高温合金、有色金属冶炼等样品, 非常适合科学研究中多方法开发的应用, 同时适用于食品、环境、地矿等各种领域的应用。
- 避免光谱干扰, 确保分析数据的准确性, 降低检出限;
- 大部分元素方法检出限换算成固体氧化物中的含量在几个 ppm 的级别, 满足高纯氧化物里其它稀土杂质的检测需求。

5. 注意事项

如标准溶液为稀土金属单标, 需注意其与金属氧化物之间的换算。

售后服务热线

400-070-8778

北京莱伯泰科仪器股份有限公司
地址: 北京顺义天竺空港工业区B区安庆大街6号
邮编: 101312
电话: 010-80486450, 1, 2, 3, 4
传真: 010-80486354
www.labtechgroup.com



莱伯泰科公众号



莱伯泰科视频号