

ICP-MS/MS 测定高纯氧化钆 / 氧化铈 / 氧化镨中痕量杂质元素

前言

稀土元素，被誉为“工业的维生素”，已成为推动行业技术进步、提升科技含量的关键因素，其应用范围涵盖冶金、军事、石油化工、玻璃陶瓷、农业以及新材料等多个领域。高纯稀土，指的是纯度超过 99.99% 的稀土金属或其氧化物。高纯稀土材料中可能存在的其它稀土杂质元素往往会对最终产品的性能造成影响，因此，对这些杂质的严格控制显得尤为重要。

单四极杆 ICP-MS 在检测高纯稀土金属及其氧化物时往往面临基体干扰、质量数重叠等问题。LabMS 5000 ICP-MS/MS 采用两套长尺寸四极杆质量分析器，结合新一代轴向加速六极杆碰撞反应池技术能够轻松应对高纯稀土元素中杂质元素的检测。MSMS 模式可精准控制反应产物，有效消除基体带来的多原子离子干扰、双电荷离子等质谱干扰。

2. 实验过程

2.1 样品信息

高纯氧化钆 Gd_2O_3 、高纯氧化铈 CeO_2 、高纯氧化镨 Eu_2O_3

2.2 样品准备

氧化钆：Y、La、Ce、Pr、Nd、Sm、Eu、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Lu

氧化铈：Y、La、Pr、Nd、Sm、Eu、Tb、Gd、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Lu

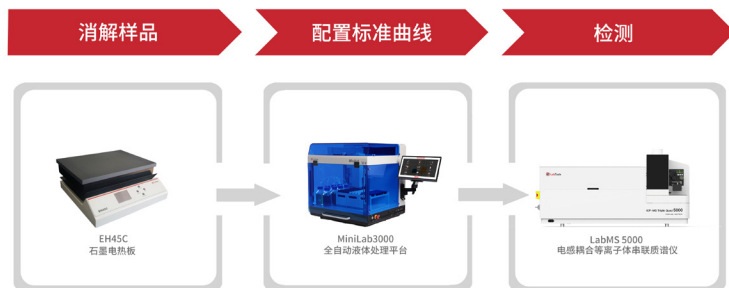
氧化镨：Y、La、Ce、Pr、Nd、Sm、Tb、Gd、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Lu

2.3 仪器设备

EH 系列电热板，莱伯泰科

MiniLab3000 全自动液体处理平台，莱伯泰科

LabMS 5000 电感耦合等离子体串联质谱仪（ICP-MS/MS），莱伯泰科



2.4 试剂及标准品

试剂：G3 级纯硝酸、优级纯双氧水

纯水：18.25 MΩ·cm 去离子水

标准溶液：16 种稀土元素混标溶液，100 μg/mL，北京坛墨质检

2.5 样品前处理

氧化钆 (Gd_2O_3)：准确称量两份平行样品 0.05 g (精确至 0.0001g)，加入 3 mL 超纯水、3 mL 硝酸，电热板 100°C 加热，消解至溶液澄清透明。冷却至室温后，定容至 50 mL，上机测定

氧化铈 (CeO_2)：准确称量两份平行样品 0.05 g (精确至 0.0001g)，加入 3 mL 超纯水、3 mL 硝酸、3 mL 双氧水电热板 200°C 加热，消解至溶液澄清透明。冷却至室温后，定容至 50 mL，上机测定

氧化镨 (Eu_2O_3)：准确称量两份平行样品 0.05 g (精确至 0.0001g)，加入 3 mL 超纯水、3 mL 硝酸，电热板 100°C 加热，消解至溶液澄清透明。冷却至室温后，定容至 50 mL，上机测定

2.6 标准曲线

精密量取稀土元素混标溶液，逐级稀释得到的标准工作溶液：0/0.01/0.05/0.1/0.2/0.5/1.0/2.0 $\mu g/L$

内标溶液 (Cs、Rh、Re)：2 $\mu g/L$

3. 实验结果

表 1 仪器参数

分析模式	KED-He	DRC1-O2	DRC2-NH3	DRC3-NH3
		mass-shift	mass-shift	on-mass
ICP 功率 (W)	1400	1400	1400	1400
雾化气流量 (L/min)	0.9	0.9	0.9	0.9
提取透镜 1 电压 (V)	-5	-5	-5	-5
提取透镜 2 电压 (V)	-260	-260	-260	-260
一级偏转透镜 1 电压 (V)	-970	-970	-970	-970
一级偏转透镜 2 电压 (V)	-65	-65	-65	-65
六极杆偏置电压 1 (V)	-16	-8	2	-7
六极杆偏置电压 2 (V)	-16	-52	-50	-52
He (mL/min)	3.9	/	/	/
O ₂ (mL/min)	/	0.35	/	/
NH ₃ (mL/min)	/	/	0.35	1.85

4. 结果与讨论

4.1 分析结果

表 2 氧化钆样品分析结果 (单位: mg/kg)

分析元素	Q1	Q3	分析模式	平行样 -1	平行样 -2	平均值	基体加标回收率 %
Y	89	89	KED-He	0.244	0.238	0.241	104
La	139	139	KED-He	0.942	0.994	0.968	103
Ce	140	140	KED-He	0.075	0.078	0.077	105
Pr	141	141	KED-He	0.651	0.639	0.645	108
Nd	143	143	KED-He	2.298	2.188	2.243	108
Sm	147	147	KED-He	0.194	0.190	0.192	113
Eu	153	153	KED-He	3.728	3.965	3.846	113
Tb	159	175	DRC-O ₂	0.063	0.067	0.065	89
Dy	163	163	KED-He	2.302	2.443	2.372	95

Ho	165	165	KED-He	0.077	0.080	0.079	95
Er	167	167	KED-He	0.215	0.206	0.211	98
Tm	169	169	KED-He	0.345	0.353	0.349	98
Yb	172	172	DRC-NH ₃	0.694	0.714	0.704	106
Lu	175	191	DRC-O ₂	2.758	2.988	2.873	86

表 3 氧化铈样品分析结果 (单位: mg/kg)

分析元素	Q1	Q3	分析模式	平行样 -1	平行样 -2	平均值	基体加标回收率 %
Y	89	89	KED-He	0.254	0.268	0.261	105
La	139	139	KED-He	11.9	13.0	12.5	115
Pr	141	157	DRC-O ₂	0.072	0.076	0.074	90
Nd	144	144	KED-He	0.236	0.258	0.247	103
Sm	147	147	KED-He	0.021	0.026	0.024	92
Eu	153	153	KED-He	0.628	0.618	0.623	97
Tb	159	174	DRC-NH ₃	0.405	0.435	0.420	100
Gd	160	176	DRC-O ₂	0.180	0.185	0.183	87
Dy	164	164	KED-He	0.055	0.060	0.058	113
Ho	165	165	KED-He	0.750	0.751	0.751	112
Er	166	166	KED-He	0.108	0.099	0.104	111
Tm	169	169	KED-He	0.655	0.646	0.651	113
Yb	174	174	KED-He	0.221	0.199	0.210	90
Lu	175	175	KED-He	0.486	0.457	0.472	89

表 6 氧化铕样品方法平行性及质控结果 (单位: mg/kg)

分析元素	Q1	Q3	分析模式	平行样 -1	平行样 -2	平均值	基体加标回收率 %
Y	89	89	KED-He	0.375	0.352	0.363	109
La	139	139	KED-He	0.691	0.658	0.674	102
Ce	140	140	KED-He	0.018	0.021	0.020	104
Pr	141	141	KED-He	0.082	0.088	0.085	106
Nd	146	146	KED-He	0.276	0.294	0.285	100
Sm	149	149	KED-He	0.064	0.060	0.062	91
Gd	157	157	KED-He	0.131	0.142	0.136	89
Tb	159	159	KED-He	0.136	0.140	0.138	89
Dy	161	161	KED-He	0.251	0.256	0.253	90
Ho	165	165	KED-He	0.036	0.031	0.034	96
Er	166	166	KED-He	0.075	0.083	0.079	93
Tm	169	169	DRC-NH ₃	0.020	0.033	0.026	94
Yb	174	174	KED-He	0.113	0.104	0.108	90
Lu	176	176	KED-He	0.131	0.125	0.128	94

4.2 方案特点

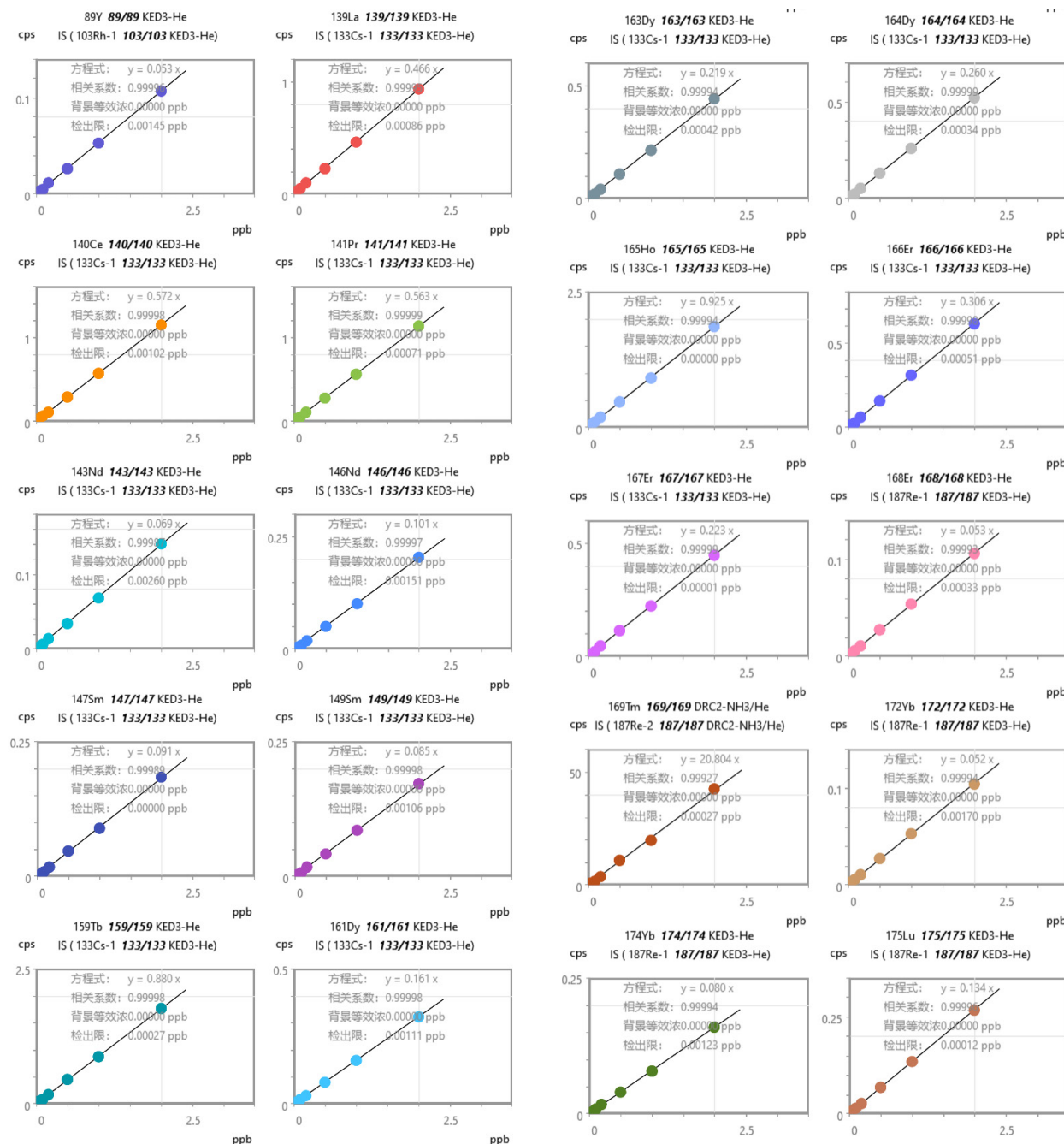
1) LabTech EH 系列电热板专为实验室和化学生产设计, 结合多年耐腐蚀处理的研发经验, 是加热消解、煮沸、蒸酸等处理的好帮手, 不锈钢 / 特氟龙 / 石墨 / 耐高温防腐涂层多种防腐加热板面, 满足不同实验的使用要求, 防腐加热平台, 所有电子元器件防腐处理, 带来更长的使用寿命;

2) LabMS 5000 ICP-MS/MS 具有多种池反应模式, 可通入 O₂、NH₃、H₂、N₂O 等气体, MSMS 模式可精准控制反应产物, 有效消除基体带来的多原子离子干扰, 可在同一方法中实现高纯稀土氧化物中痕量杂质的准确测定。

4.3 注意事项

测试不同高纯样品后需要彻底清洗进样系统和双锥，以消除高含量基体在进样系统和双锥上的残留（如测试高纯氧化钆后继续测试高纯氧化铈中痕量钆），确保各元素准确测试。

附录：氧化钆标准曲线图



北京莱伯泰科仪器股份有限公司（股票代码：688056.SH）成立于2002年，是一家专业从事实验分析仪器的研发、生产和销售的科技公司。公司自成立之初便专注于科学仪器设备的研发，立志为环境检测、食品安全、医疗卫生、疾病控制、材料研究等众多基础科学及行业应用提供实用可靠的实验室设备和整体解决方案。公司发展至今已拥有各类专利及软件著作权100余项，持续通过高新技术企业认证，被授予设立园区类博士后科研工作站资质，连续多年被业内媒体评为中国仪器仪表行业“最具影响力企业”，是全球范围内能将多种类和多功能的样品前处理技术与全自动实验分析检测平台组合成全自动实验分析仪器系统的主要实验分析仪器供应商之一。

公司拥有LabTech、CDS、Empore等行业知名品牌，在中国和美国设有研发和生产基地，并在中国内地主要城市、中国香港、美国马萨诸塞州和宾夕法尼亚州等地设有产品营销和服务中心。公司产品服务涵盖实验室分析仪器、样品前处理仪器、实验室设备、医疗设备、实验室耗材和实验室工程建设等，可为全球多种类型用户提供从实验室建设到样品分析的一站式解决方案。目前，公司产品已销往全球100多个国家，累计服务客户3万余家。

Your Lab Our Tech

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