

高温合金中金属元素的 ICP-MS 测定

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

OptiMass 9500 型电感耦合等离子体飞行时间质谱仪；超纯水仪；控温加热板；分析天平，锥形瓶，容量瓶。

Ga、Te、La、Ce、Yb、Ir 元素标准溶液（1000mg/L），采用 1% 硝酸溶液稀释至所需浓度；硝酸，盐酸均为优级纯；实验用水均为超纯水，高纯氩气。

1.2 仪器条件

表 1 仪器主要工作参数

等离子体气体流量 L/min	雾化器气体流量 L/min	辅助气流量 L/min	射频功率 W	蠕动泵泵速 rps
10	0.8	0.5	1200	10

1.3 标准溶液的配制

分别取 0.5mL 1000 ug/mL Ga、Te、La、Ce、Yb、Ir 单标溶液于 50mL 容量瓶中，用 1% 硝酸溶液定容至刻度，即配成 10ug/mL 的混合标准中间溶液，准确量取适量的混合标准溶液，采用 1% 硝酸溶液分别稀释至 0, 1, 5, 10, 20, 30 $\mu\text{g/L}$ 备用。

表 2 标准使用溶液浓度

序号	元素	标准系列溶液浓度 $\mu\text{g/L}$					
		浓度 1	浓度 2	浓度 3	浓度 4	浓度 5	浓度 6
1	Ga	0	1	5	10	20	30
2	Te	0	1	5	10	20	30
3	La	0	1	5	10	20	30
4	Ce	0	1	5	10	20	30
5	Yb	0	1	5	10	20	30
6	Ir	0	1	5	10	20	30

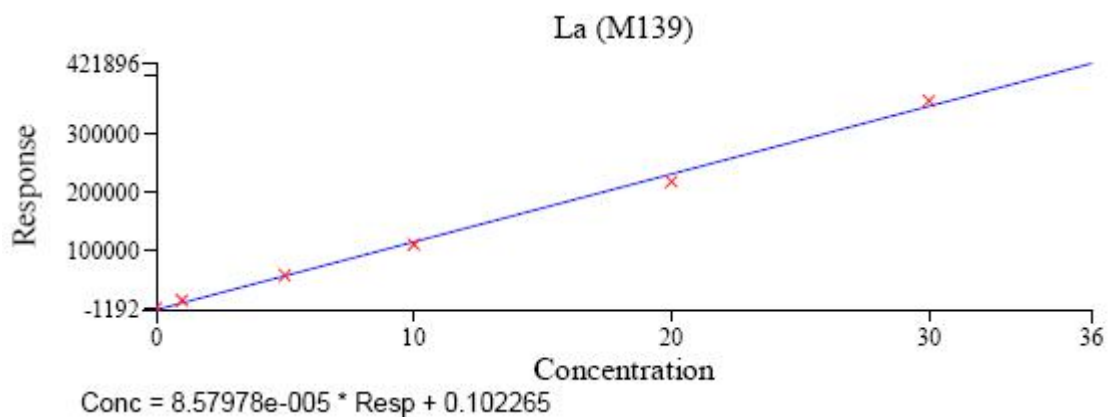
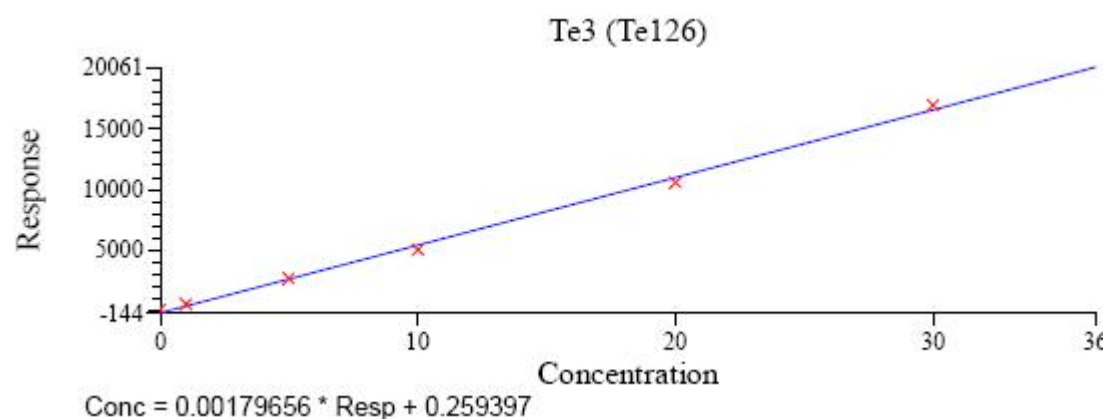
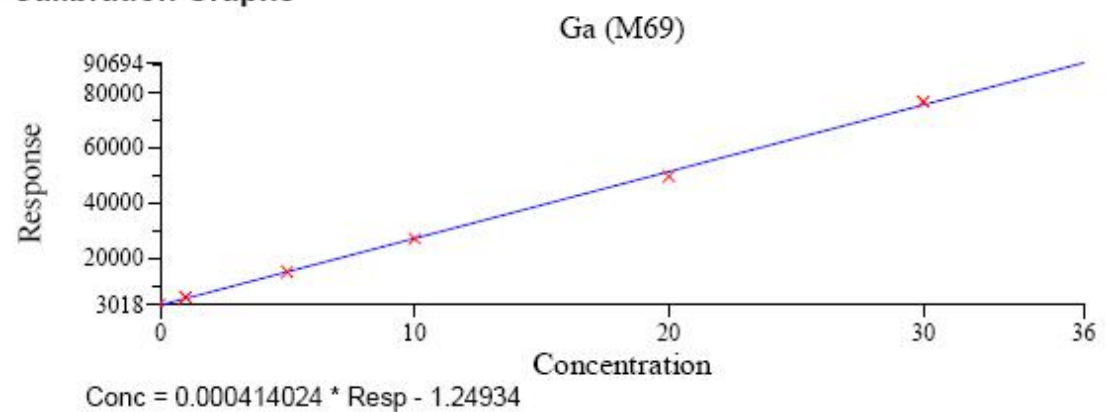
1.4 样品处理

称取 0.2g 样品于 250mL 锥形瓶中，加入 20mL 王水，加盖，加热至溶解，冷却至室温，用去离子水转移至 100mL 容量瓶中，摇匀过滤，待测。

2 实验结果

2.1 标准曲线

Calibration Graphs



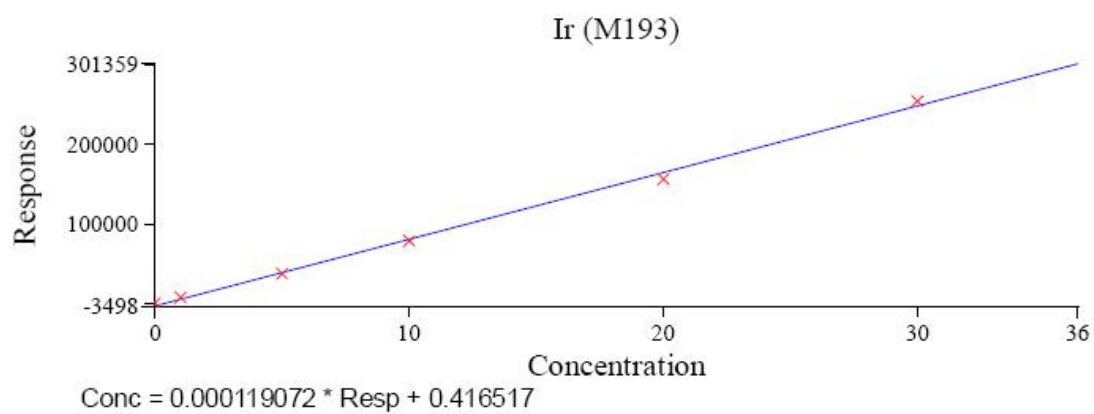
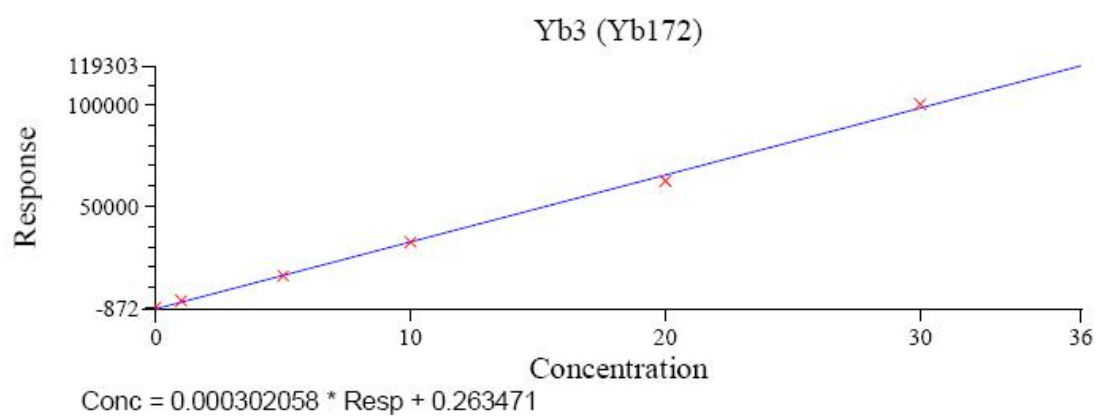
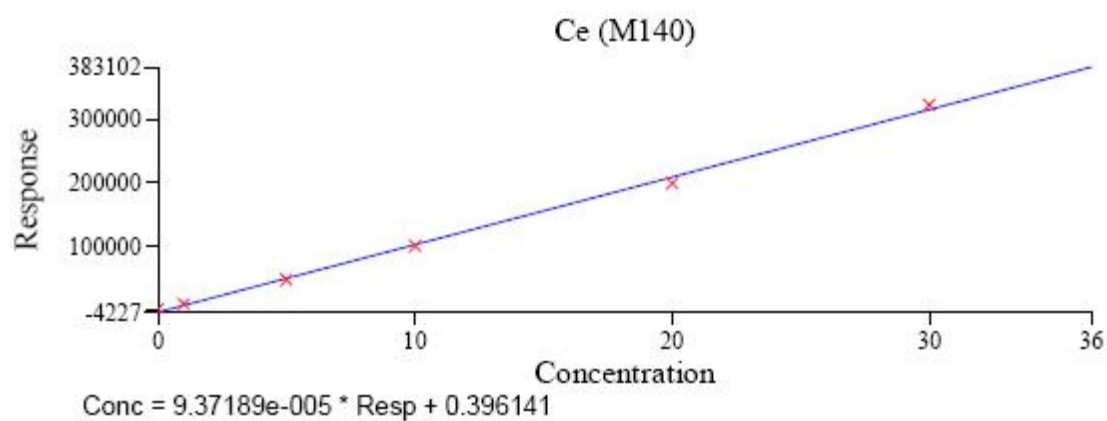


表 3 元素的检测限和线性范围

序号	元素	线性范围 ug/L	线性回归方程	线性相关 系数	检测限 ug/L
1	Ga	0~30	Conc = 0.000414024 * Resp - 1.24934	0.9991	0.15
2	Te	0~30	Conc = 0.00179656 * Resp + 0.259397	0.9989	0.32
3	La	0~30	Conc = 8.57978e-005 * Resp + 0.102265	0.9992	0.06
4	Ce	0~30	Conc = 9.37189e-005 * Resp + 0.396141	0.9990	0.05
5	Yb	0~30	Conc = 0.000302058 * Resp + 0.263471	0.9986	0.02
6	Ir	0~30	Conc = 0.000119072 * Resp + 0.416517	0.9993	0.01

表 4 样品检测结果

序号	元素	定量离子	样品含量 mg/kg
1	Ga	69	20.07
2	Te	126	0.77
3	La	139	1.19
4	Ce	140	0.31
5	Yb	172	0.16
6	Ir	193	2.61