

ICP-AES 法测定镍铂合金中 16 个杂质元素

汪原伊, 孙 祺*, 李秋莹, 王应进, 何 姣, 方海燕, 杨晓滔

(贵研铂业股份有限公司 稀贵金属综合利用新技术国家重点实验室, 贵研检测科技(云南)有限公司, 昆明 650106)

摘 要: 为提高电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法分析检测镍铂合金中杂质含量的准确性, 针对 Ni-5Pt、Ni-15Pt、Ni-60Pt 展开全面的干扰效应研究, 对受基体效应严重的 Pb、Sn 采用基体分离法测定; 对直接测定有干扰的元素, 通过调节基体与被测元素的测定浓度比例, 对应其杂质含量选择整理出的谱线, 即能达到准确检测范围; 最后通过加标回收的方式验证方法准确度。方法检测范围: Ag、Au: $(5\sim50)\times10^{-6}$; Al、Co、Cr、Cu、Mg、Mn、Pd、Pb、Si、Sn、Ti、Zn、Zr: $(5\sim500)\times10^{-6}$; Fe: $(5\sim1000)\times10^{-6}$ 。能满足镍铂靶材在市场交易中所需的杂质分析要求。

关键词: 分析化学; 镍铂合金; ICP-AES; 杂质元素; 基体干扰

中图分类号: O657.31 **文献标识码:** A **文章编号:** 1004-0676(2023)S1-0142-07

Determination of 16 impurity elements in nickel-platinum alloy with by ICP-AES

WANG Yuanyi, SUN Qi*, LI Qiuying, WANG Yingjin, HE Jiao, FANG Haiyan, YANG Xiaotao

(State Key Laboratory of Advanced Technologies for Comprehensive Utilization of Platinum Metals,
Sino-Platinum Metals Co. Ltd., Sino-Platinum Metals Testing Technology (Yunnan) Co. Ltd., Kunming 650106, China)

Abstract: In order to improve the accuracy of impurity content analysis in nickel-platinum alloys using inductively coupled plasma atomic emission spectroscopy (ICP-AES), a comprehensive study of interference effects was conducted for Ni-5Pt, Ni-15Pt, and Ni-60Pt alloys. The research focused on the following aspects. For Pb and Sn, which are significantly affected by ICP-AES after matrix separation was employed for their determination. For elements with interference, by adjusting the concentration ratio between the matrix and the target element, the corresponding spectral lines were selected to achieve accurate detection within a defined range of impurity concentrations. This approach ensured the method's accuracy. Ultimately, the accuracy of the method was validated through the use of standard addition recovery. The detection ranges for the method were as follows: $(5\sim50)\times10^{-6}$ for Ag and Au; $(5\sim500)\times10^{-6}$ for Al, Co, Cr, Cu, Mg, Mn, Pd, Pb, Si, Sn, Ti, Zn and Zr; and $(5\sim1000)\times10^{-6}$ for Fe. This method can meet the impurity analysis requirements for nickel-platinum target materials in market transactions.

Key words: analytical chemistry; nickel-platinum alloy; ICP-AES; impurity elements; matrix interference

镍铂靶材因其拥有优良的抗高温氧化、抗热腐蚀、高温力学稳定性特征, 作为半导体材料被广泛运用于航天航空、核电、军事等多个领域。目前, 半导体材料发展的趋势除对主成分设计, 还提出“定制合金”的设计理念, 通过加入微量有益元素和控制杂质痕量元素的精细调控来提高改善合金性能。因

此, 能否准确检测分析有着重要意义^[1-3]。

镍铂合金现有检测标准主要包括: 1) 镍铂靶材 (YS/T 937-2013)^[4]。其规定各牌号的镍铂合金杂质总含量不大于 50×10^{-6} 或 100×10^{-6} ; 该标准中杂质测定采用 ICP-MS 法, 测定元素共 14 个 (Al、Co、Cr、Cu、Fe、Mg、Mn、Pb、Si、Sm、Sn、Ti、V、Zn),

收稿日期: 2022-5-16

第一作者: 汪原伊, 女, 工程师。研究方向: 贵金属分析化学。E-mail: 1194195312@qq.com

*通信作者: 孙 祺, 男, 工程师。研究方向: 贵金属分析化学。E-mail: 631080048@qq.com

测定范围： $(0.1\sim100)\times10^{-6}$ 。2) 镍铂靶材(Q/GYB 119-2013)^[5]。其规定各牌号的镍铂合金杂质总含量不大于 500×10^{-6} ；该标准中杂质测定参考海绵铂 ICP-AES 法测定，测定元素共 14 个(Ag、Al、Au、Co、Cr、Cu、Fe、Mg、Mn、Pd、Si、Sn、Ti、Zr)。

当测定镍铂合金中不大于 5×10^{-6} 的痕量杂质时，ICP-AES 法直接测定限于检出线要求，需要增大样品称样量，使得测定干扰程度随基体浓度的增大而增强^[6]。同样情况下 ICP-MS 法检出限更低，测定有干扰的元素，如 Si、Fe 采用仪器配置的动态反应池(DRC)技术及碰撞反应模式(KED)技术消除即可。所以，产品纯度达到 99.99 %以上测定杂质时，选择 ICP-MS 法最优；当测定镍铂合金中大于 50×10^{-6} 的微量杂质时，ICP-MS 法作为日常检测时，测定环境易受不同含量杂质的信号所污染，使分析精度变差，发挥不出 ICP-MS 的优势，造成检测、维护成本大幅增加及效率低下。同时尚未查阅到镍铂合金中 ICP-MS 法测定 Ag、Au 的相关研究。此时，ICP-AES 法可减少称样量，基体干扰随之降低，即可通过筛选光谱谱线准确测定。

现今大量流通的镍铂产品订单产品范围仅在 99.9%~99.95%，远达不到 99.99%以上的纯度。综上，本文采用 ICP-AES 法测定，根据客户要求，在 YS/T 937-2013 基础上增加 Ag、Au、Pd、Zr 的测定，删除现今没有要求 V 和 Sm 的测定，使其适用于测定镍铂合金 99.9%~99.95%的杂质分析。本文整理报导了 ICP-AES 法测定 Ni-5Pt、Ni-15Pt、Ni-60Pt 的杂质测定实验结果。

本文通过降低待测液主基体测定浓度、调节各待测元素的测定浓度在 0.2~1 mg/L，从而控制干扰影响范围，在不影响准确测定的范围内进行测定，在此浓度通道中，仅需通过选择合适分析谱线，就能直接准确测定。同理，对于未知含量的样品测定时，待测元素的测定浓度与基体的测定浓度之比例超出此浓度区间时，测定值不准确，这样可找出问题值，针对性解决即可。

1 实验

1.1 仪器与试剂

ICP-AES(美国 Perkin Elmer 公司 Optima 5300DV 型)测定条件：仪器功率 1.3 kW；载气流速 0.55 L/min；观测高度为线圈上方 15 mm；泵流量 1.50 mL/min；等离子体流量 15 L/min；辅助气体流

量 0.2 L/min；观测方向为轴向；积分时间 5 s。

盐酸、硝酸、氨水均为优级纯，钇溶液 5.00 mg/mL^[7]，实验用水为一级纯度的水。

1.2 标准溶液配制

实验所用元素标准储备溶液(1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$)均为采用高纯金属试剂配制或购买的有证标准储备溶液。元素标准贮备液用逐步稀释法配制成标准级差溶液各元素的浓度见表 1。

表 1 标准极差溶液质量浓度 / (mg/L)

Tab.1 Mass concentration of standard extreme deviation solution

编 号	A 组	B 组	C 组	
	Au、Pb、 Pd、Sn	Ag、Al、Co、Cr、Cu、 Mg、Mn、Ti、Zn、Zr	Fe	Si
Std-1	0.050	0.050	0.10	0.10
Std-2	0.10	0.10	0.20	1.00
Std-3	1.00	1.00	2.00	5.00
Std-4	5.00	5.00	10.00	10.00
Std-5	10.00	10.00	20.00	/

1.3 实验方法

1.3.1 称样量及最终定容体积

试样处理前用冰醋酸浸泡 10 min，再用水清洗，烘干。根据不同测定元素和含量范围确定称样量和定容体积。

测定 Ag、Al、Au、Co、Cr、Cu、Fe、Mg、Mn、Pd、Si、Ti、Zn、Zr 元素(除 Pb、Sn)，含量在 $(5\sim10)\times10^{-6}$ 时，称取试样量 0.2 g (精确至 0.1 mg，下同)，定容体积 10 mL；含量在 $(10\sim100)\times10^{-6}$ 时，称取试样量 0.25 g，定容体积 25 mL；含量在 $(100\sim500)\times10^{-6}$ 时，称取试样量 0.2 g，定容 100 mL。

测定 Pb、Sn 元素时采用钇共沉淀法实现基体分离，含量在 $(5\sim50)\times10^{-6}$ 时，称取试样量 0.5 g，定容体积 25 mL；含量在 $(50\sim500)\times10^{-6}$ 时，称取试样量 0.2 g，定容体积 25 mL。

1.3.2 溶样方法

方法 1) 测定除 Pb、Sn 的元素。平行称取两份试样至 50 mL 烧杯中，加入 1:1 稀混合酸(1 mL 硝酸+1.5 mL 盐酸)，盖上表面皿，低温加热至溶解完全，冷却至室温，转入相应容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，得到待测试液。

方法 2) 测定 Pb、Sn。平行称取两份试样至 100 mL 烧杯中，加入 6 mL 盐酸，2 mL 硝酸，盖上表面皿，低温加热溶解完全，冷却至室温，加入 5 mL

浓度 5.000 mg/mL 的钼溶液^[7], 用水润洗表面皿及杯壁至溶液体积约 40 mL。搅拌下滴加氨水约 20 mL^[7], 静置约 1 h 以上后, 用中速定量滤纸在漏斗中过滤, 并用 1:9 氨水润洗烧杯壁 2 次并将洗液倾入漏斗中, 再润洗滤纸上沉淀物质 2 次, 滤液弃置(集中回收)。再滴加 5 mL 1:1 盐酸润洗烧杯壁, 盖上表面皿, 低温加热后, 将溶液用玻棒引流至漏斗中, 润洗滤纸上的富集沉淀物, 溶解液收集至 25 mL 容量瓶中; 再用 1:4 盐酸重复润洗 4 次至沉淀完全溶解, 冷却至室温, 用水稀释至刻度, 混匀, 得到待测试液。

1.3.3 测定

随同试料做空白实验, 在 ICP-AES 上按选定条件测定。计算各元素含量。

2 结果与讨论

2.1 溶解方式

镍铂合金可以用王水溶解, 但浓缩至小体积时, 受酸度变化和溶解温度不均的影响, 无法避免的会析出黄色化合物, 影响干扰待测元素 Pd、Au、Pb、

Sn、Zn、Cu、Si 等。对于 Ni-5Pt, 因含镍成分较多, 镍易溶于稀硝酸, 而盐酸对镍的浸蚀极慢, 使得溶解时间过长, 甚至需要在过程中补酸, 更加大了因酸度变化及时间过长对待测元素的干扰及污染。

经试验对比, 选用 1:1 稀混合酸(1mL 硝酸+1.5mL 盐酸), 能短时间快速溶解, 且保证最小定容体积为 10 mL 时定容可行, 且酸度不影响杂质的准确测定。

2.2 干扰研究

2.2.1 镍基体对混合杂质元素组干扰

对镍铂合金称样, 0.2 g 定容至 10 mL 时, 镍基体浓度最高时不大于 20 mg/L。配制纯镍基体的混合加标溶液, 在 10 mL 容量瓶里分别加入 20、10 mg/L 的镍溶液, 在两组基体浓度中再分组实验: 分别再加入 0.10、0.50、1.00、5.00 mg/L 混合元素标准溶液, 每组进行平行试样, 随同试验做一份纯镍基体空白。用水稀释至刻度, 混匀。在选定的仪器最佳工作条件下, 用 ICP-AES 测定, 计算待测元素含量、及加标回收率。实验干扰情况列于表 2。表 2 结果表明, 混合组杂质受镍基体干扰情况, 大部分可通过减少称样量, 降低调整基体浓度解决。

表 2 镍基体干扰情况

Tab.2 Interference of nickel matrix on impurities

镍基体含量	加入混合杂质组含量	干扰情况
20.0 mg/L	0.10 mg/L (~5×10 ⁻⁶)	无干扰, 测定准确; Zn 稳定性不佳
	0.50 mg/L (~25×10 ⁻⁶)	Co、Cr 有轻微干扰; 其余元素无干扰, 测定准确
	1.0 mg/L (~50×10 ⁻⁶)	Au(267.595、242.795)、Al396.153 无干扰, 其余元素均严重干扰(强抑制), 回收率仅 35%~80%
	0.50 mg/L (50×10 ⁻⁶)	无干扰, 测定准确
10.0 mg/L	1.0 mg/L (~100×10 ⁻⁶)	Co、Cr 有轻微干扰; 其余元素无干扰, 测定准确
	5.0 mg/L (~500×10 ⁻⁶)	1. Co228.616、Cr284.325 轻微干扰, 其他 Co、Cr 谱线干扰严重;
		2. Mg、Mn 回收率为 80%~86%, 有轻微至中度干扰

2.2.2 铂基体对混合杂质元素组干扰

已有文献^[8]研究表明 20 mg/L 的纯铂基体对 22 个杂质元素中(不包括 Co、Zr)有干扰的元素为 Au、Pb、Sn, 对其余元素无影响。补充 Pt 对 Co、Zr 影响测试, 发现均无影响。

2.2.3 待测元素之间的影响

待测元素之间的干扰效应, 只有在待测元素与其他杂质组元素共存时, 互相干扰效应才能表现出

来^[10-11]。补充 5 组对照试验, 将不同浓度 A、B 组标准溶液混合测定, 干扰情况如表 3 所列。结果表明, 当检出杂质, 且检测浓度大于 1 mg/L 时, 基体效应仅是整体干扰中的一个子项, 杂质元素之间干扰效应无法再被忽略, 干扰效应为叠加态。故控制杂质元素的检测浓度不大于 1 mg/L, 超出的应调整称样量及定容体积, 进行复查。

表 3 待测元素之间的干扰情况

Tab.3 Interference of between elements to be measured

混合溶液*		干扰情况
A 组元素	B 组元素	
1 mg/L	0 mg/L	无
0 mg/L	1 mg/L	无
1 mg/L	5 mg/	Fe 对 Ag328 有强干扰(增感)；Fe 对 Al396、Cu324、Mg285、Co、Cr 轻微干扰(增感)
4 mg/L	1 mg/L	Au208.209、Pd(324.270；363.470)、Ag、Pb、Sn 严重干扰
4 mg/L	5 mg/L	Au208.209、Zn、Pb、Sn 严重干扰；Al、Cd、Co、Cr、Fe、Mn、Ni 341.476 中度至严重干扰(抑制)

*注：A 组 Au、Pb、Pd、Sn；B 组 Ag、Al、Co、Cr、Cu、Fe、Mg、Mn、Ti、Zn、Zr。

2.3 解决方法

2.3.1 沉淀分离法

含 Pb、Sn 的干扰问题，采用氨络沉淀法实现待测 Pb、Sn 元素与镍基体、部分铂基体、绝大部分互扰杂质元素的分离。原理是加入络合剂钼溶液与沉淀剂氨水，使干扰元素 Ag、Au、Cu、Ni 等大部分元素以稳定的铵络离子留在溶液中作为滤液，洗除回收，目标元素 Pb、Sn 及 Al、Fe、Pt 形成氢氧化物共沉淀留在漏斗中，第一步先分离镍基体及大部分共存杂质元素。第二步，用稀盐酸溶解沉淀物质，收集于容量瓶中待测，此时 Pt 基体因为含量高，不能被全部溶解收集到待测液中，也实现一部分的铂基体分离，能降低基体等干扰程度。

本文探索沉淀分离法的试剂用量，使 Pb、Sn 测定准确^[12]。经对照试验发现，1) 用稀氨水洗除滤液中的氨络离子时，也会溶解微量的沉淀物质。本

文采用 1:9 氨水作为洗剂，润洗烧杯壁 2 次及润洗滤纸上沉淀物质 2 次，能保证待测元素具有良好回收率情况下尽可能多的洗除氨络离子。2) 溶解漏斗中沉淀物质的试剂，分 5 次低温加热，第一次为 5 mL 1:1 盐酸，第 2~5 次用 1:4 盐酸，使微量的目标沉淀物溶解完全的同时，且尽可能降低酸度，减少铂沉淀物溶解。此方法不仅可准确测定含量 $(5\sim500)\times10^{-6}$ 的 Pb、Sn，还可准确测定 $(5\sim500)\times10^{-6}$ 的 Al、Fe。

2.3.2 待测元素谱线选择

除 Pb、Sn 其余元素的测定，本文尽可能简化前处理步骤，减少前处理流程中的污染及损失，发挥使用 ICP-AES 最大的优点(每个元素通常都具有若干条灵敏谱线)，根据 2.2 干扰研究，在检出灵敏度有保证的前提下筛选每个元素在不同含量下，不受干扰或轻微干扰但不影响测定准确度的谱线作为分析线，即可直接对应准确测定，谱线列于表 4。

表 4 受干扰杂质元素测定推荐波长

Tab.4 Interference recommended wavelengths for impurity elements

待测元素	测定范围/ 10^{-6}	推荐波长/nm			干扰扣除
		镍为主的合金		铂为主的合金	
		Ni-5Pt	Ni-15Pt	Ni-60Pt	
Ag	5~50	328.068	328.068	328.068	需扣除合适背景点
Al	5~500	396.153	396.153	396.153	当 $Fe>100\times10^{-6}$ 时，需进行背景校正
Au	5~10	208.209	208.209	267.595*	*需扣除合适背景点
	10~50	267.595	267.595	267.595	
	50~500	242.795	/	/	
Co	5~10	236.380*	236.380*	236.380*	*需要对右侧背景点进行上拉调整扣除，但再现性差。
	10~50	236.380*	236.380*	236.380	
	50~100	236.380	236.380	236.380	
	100~500	228.616	228.616	228.616	
Cr	5~50	283.563	283.563	283.563	
	50~500	284.325	284.325	284.325	

续表 4 (Tab.4 continued)

待测元素	测定范围/ppm	推荐波长/nm			干扰扣除
		镍为主的合金		铂为主的合金	
		Ni-5Pt	Ni-15Pt	Ni-60Pt	
Cu	5~500	324.752	324.752	324.752	当 Fe>100×10 ⁻⁶ 时, 选择 327.393
Fe	5~500	259.939	259.939	259.939	
	500~1000	238.204	238.204	238.204	
Mg	5~500	285.213	285.213	285.213	当 Fe>50×10 ⁻⁶ 时, 选择 280.271
Mn	5~500	257.610	257.610	257.610	需扣除合适背景点
Pd	5~500	340.458	340.458	340.458	需扣除合适背景点
Pb	5~100	283.306	283.306	405.781	全部测定采用基体分离-钪共沉淀
	100~500	405.781	405.781	405.781	
Si	5~50	251.611	251.611	252.851	需扣除合适背景点
	50~500	252.851	252.851	252.851	
Sn	5~50	283.998	283.998	189.927	全部测定采用基体分离-钪共沉淀
	50~100	189.927	189.927	189.927	
	100~500	283.998	283.998	283.998	
Ti	5~500	334.940	334.940	334.940	368.519 也可
Zn	5~50	206.200	206.200	206.200	需扣除合适背景点
Zr	5~500	257.139	257.139	257.139	需扣除合适背景点

*注: 本文实验对象局限于 Ni-5Pt、Ni-15Pt、Ni-60Pt; 因观察 Ni-5Pt、Ni-15Pt 选线一致, 从而推出镍为主的镍铂合金可参考 Ni-5Pt, 铂为主的镍铂合金可参考 Ni-60Pt。

2.4 方法准确度

采用合成样品法进行加标回收率及精密度试验, 来检验方法可行性及准确度。分别配制镍铂合金(Ni-5Pt、Ni-15Pt、Ni-60Pt)的合成样品, 称取样

品, 分别加入低(5×10⁻⁶)、中(50×10⁻⁶)、高(500×10⁻⁶)含量的杂质, 按照 1.3 实验方法处理及测定, 结果见表 5。

表 5 加标精密度及回收率(n=5)

Tab.5 Precision of the method and recoveries of standard addition(n=5)

元素	Ni-5Pt			Ni-15Pt			Ni-60Pt		
	平均值/10 ⁻⁶	RSD/%	加标回收率/%	平均值/10 ⁻⁶	RSD/%	加标回收率/%	平均值/10 ⁻⁶	RSD/%	加标回收率/%
Ag	5.0	3.27	97.62~105.73	5.4	8.92	90.28~108.18	4.9	8.91	90.99~102.66
	47.7	6.40	91.18~109.05	44.8	4.18	85.55~93.57	48.6	1.89	87.65~99.96
	435.4	16.06	75.47~103.80	410.5	19.22	71.34~114.24	234.6	26.40	15.71~57.67
Al	4.9	6.59	91.75~102.84	4.8	8.29	90.28~104.26	5.0	8.90	90.28~104.26
	50.3	1.38	102.46~105.70	44.2	1.03	88.05~89.78	47.4	1.38	95.12~98.01
	446.6	6.20	87.65~105.57	472.8	6.71	85.93~105.25	495.5	4.40	91.77~99.98
Au	4.8	7.16	90.10~104.41	5.0	4.94	96.91~105.20	5.2	2.03	102.65~107.41
	46.5	6.86	91.49~101.62	49.0	4.85	97.56~104.45	47.0	8.13	88.97~105.72
	448.1	1.92	92.48~93.72	555.4	30.13	73.65~133.38	396.8	13.15	77.57~99.95
Co	4.9	4.57	95.03~100.94	5.0	3.69	88.56~106.65	4.8	5.02	92.28~103.24
	47.5	2.87	96.16~100.72	45.5	5.96	85.61~97.27	46.9	2.24	92.17~99.56
	460.3	1.37	94.64~105.57	505.2	4.94	95.33~108.68	448.1	1.46	87.79~96.59

续表 5 (Tab.5 continued)

元素	Ni-5Pt			Ni-15Pt			Ni-60Pt		
	平均值/ 10^{-6}	<i>RSD</i> /%	加标回收率/%	平均值/ 10^{-6}	<i>RSD</i> /%	加标回收率/%	平均值/ 10^{-6}	<i>RSD</i> /%	加标回收率/%
Cr	4.9	2.15	96.42~100.94	5.0	7.07	96.32~106.52	4.8	5.14	92.26~101.61
	51.3	3.54	103.26~109.68	49.7	7.00	86.88~104.58	48.1	7.67	98.54~107.36
	424.8	1.35	87.71~88.98	433.6	7.04	86.07~93.97	469.1	9.85	88.46~103.39
Cu	4.6	4.42	89.51~99.32	5.0	6.04	96.95~108.98	4.9	8.90	91.36~109.23
	45.2	1.35	92.73~95.62	49.0	3.27	95.00~103.07	49.2	0.91	98.33~102.19
	439.5	4.30	86.01~95.36	472.5	4.63	89.78~99.59	457.3	1.15	86.32~97.31
Fe	9.7	6.71	91.73~104.73	9.6	7.95	89.79~106.35	10.2	4.81	97.23~106.41
	104.0	5.34	97.61~107.73	102.4	2.16	95.10~104.16	99.1	5.66	97.11~105.03
	837.8	1.96	86.83~87.99	912.8	3.69	87.04~94.65	875.2	2.76	85.78~91.24
Mg	4.9	9.47	87.61~108.55	5.1	3.52	89.13~107.21	4.7	5.70	88.55~99.37
	46.7	2.36	89.95~95.21	43.8	7.33	88.72~103.15	44.3	1.45	87.96~92.55
	431.1	5.90	86.17~96.50	441.1	1.28	87.39~90.72	438.3	2.11	87.96~90.65
Mn	4.6	1.61	91.05~98.48	4.6	5.79	89.23~98.48	4.8	1.72	95.38~100.12
	43.8	2.37	88.28~93.74	43.9	6.87	85.93~101.28	43.1	0.66	86.69~89.46
	458.0	5.33	85.87~87.45	423.3	2.60	86.64~87.74	423.0	4.56	85.01~87.23
Zn	4.8	10.20	92.04~101.84	4.9	5.52	95.27~102.35	5.1	2.34	100.95~103.89
	47.1	3.37	90.10~95.71	47.7	5.21	88.84~98.61	49.1	5.57	93.30~104.81
	444.0	2.58	89.71~95.21	465.5	2.64	90.40~96.23	450.6	6.90	87.64~92.58
Zr	4.4	3.18	85.34~90.13	4.8	4.81	92.07~103.38	5.1	0.72	101.12~103.51
	44.8	2.47	88.85~94.63	45.1	1.39	89.33~93.25	43.1	1.17	86.25~89.72
	428.2	3.36	87.63~92.82	468.9	7.80	92.01~106.89	446.5	3.50	85.25~89.40
Ti	5.2	3.41	87.12~101.43	4.9	7.88	91.43~108.48	5.0	5.76	94.59~106.29
	52.6	2.42	101.96~109.21	46.4	2.13	90.01~94.19	44.7	3.78	89.31~93.69
	442.8	2.45	87.27~90.03	452.1	4.01	86.56~95.68	446.9	1.90	87.73~91.13
Pd	4.6	6.42	89.28~100.65	4.8	3.10	92.50~98.39	4.6	4.50	88.24~97.10
	48.0	5.19	95.88~103.12	49.4	4.33	97.85~104.85	47.0	7.89	88.02~99.66
	442.8	1.21	91.20~92.37	428.7	1.95	85.39~85.79	456.0	1.75	87.80~95.88
Pb	5.3	0.76	104.74~105.87	4.9	6.64	94.38~106.18	4.6	4.69	90.20~98.44
	50.3	5.17	100.56~105.95	48.2	5.34	98.24~105.87	51.2	5.24	97.52~108.24
	505.5	3.23	92.19~102.85	475.1	4.75	93.40~101.11	454.7	5.38	92.25~99.74
Sn	4.9	2.87	95.48~101.34	5.2	4.84	100.80~108.59	4.8	3.09	94.41~99.55
	47.8	3.20	97.46~99.54	50.6	3.92	104.24~109.61	50.5	6.13	98.12~109.24
	497.3	6.68	95.13~108.13	493.4	3.01	99.47~105.04	475.5	6.22	95.74~105.26
Si	5.1	2.17	100.69~106.01	4.7	3.14	91.29~97.08	4.5	2.18	87.37~91.27
	48.2	5.02	96.59~106.27	45.0	3.54	89.68~98.78	44.5	4.01	90.10~96.99
	435.2	3.34	86.60~89.81	435.2	3.34	86.60~89.81	427.7	3.69	85.14~92.13

从表 5 总结，样品低、中、高的加标回收率在 84.85%~109.61%之间。Ni-5Pt 的低、中、高含量的相对标准偏差(*RSD*, *n*=5)分别为：1.69%~10.20%、1.35%~6.40%、1.21%~7.28%；Ni-15Pt 的低、中、高含量的相对标准偏差(*RSD*, *n*=5)分别为：3.10%~8.29%、1.03%~7.00%、1.95%~7.80%；Ni-60Pt 的低、中、高含量的相对标准偏差(*RSD*, *n*=5)分别为：0.72%~8.91%；0.66%~8.13%、1.15%~9.85%。

3 结论

本文通过探究酸度对待测元素影响,基体效应、及其杂质共存元素之间的叠加干扰效应影响,建立起测定镍铂合金中 16 个杂质元素的 ICP-AES 方法, Au、Ag、Zn 测定范围为: 0.00050%~0.0050%; Pd、Al、Co、Cr、Mg、Mn、Pb、Si、Sn、Zr、Ti、Cu 测定范围为 0.00050%~0.050%; Fe 测定范围为: 0.00050%~0.10%。方法加标回收率 84.85%~109.61%,精密度 0.66%~10.20%。能满足镍铂靶材杂质含量质量控制要求。

1) Pb、Sn 干扰可通过基体分离法消除,对基体分离的多个条件进行测试,使方法满足准确测定。

2) 除 Pb、Sn 的其余杂质元素测定,浓度最佳范围为 0.2~1 mg/L,其中 Zn 最佳测定范围为 0.4~1 mg/L,并对应整理归纳出各元素不同含量区间的推荐谱线。可通过调节称样量及定容体积直接准确测定。不仅简化了前处理流程发挥 ICP-AES 的优势,还极大降低检测成本。

3) 本文研究的镍铂合金,实验对象局限于 Ni-5Pt、Ni-15Pt、Ni-60Pt,因观察 Ni-5Pt、Ni-15Pt 相似一致性,以镍为主的镍铂合金可参考 Ni-5Pt,铂为主的镍铂合金可参考 Ni-60Pt。为其余牌号合金提供参考。

参考文献:

[1] 王一晴,许彦亭,闻明,等.冷轧过程中 NiPt5 合金的结构演变及磁性能[J].中国有色金属学报,2020(3):

559-565

- [2] 冯广召,李少楠,周耀忠,等.合金元素对镍基高温合金中缩松形成的影响[C].中国机械工程学会铸造分会.中国铸造活动周论文集.2021: 98-103.
- [3] 张健,王莉,谢光,等.镍基单晶高温合金的研发进展[J/OL].金属学报,2019,55(9): 1077-1094.
- [4] 全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243).镍铂靶材:YS/T 937-2013[S].北京:中国标准出版社,2014.
- [5] 贵研铂业股份有限公司.镍铂靶材:Q/GYB119-2013[S].昆明:贵研铂业股份有限公司企业标准.
- [6] 全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243).电解镍:GB/T 6516-2010[S].北京:中国标准出版社,2010.
- [7] 全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243).贵金属合金微量元素分析方法:GJB 950.1A-2008[S].北京:中国标准出版社,2008.
- [8] 李光俐,徐光,何姣,等.多元光谱拟合 ICP-AES 法同时测定铂中 22 个杂质元素[J].贵金属,2010,31(4): 46-51
- [9] 任传婷,何姣,汪原伊,等.标准加入法测定纯钯中的杂质元素[J].贵金属,2020,41(S1): 172-176
- [10] 马晓国,张展霞.电感耦合等离子体原子发射光谱分析中干扰信号的处理方法[J].分析化学,2000(12): 1549-1557
- [11] 孙大海,张展霞,贺柏龄,等.ICP-AES 中基体干扰效应及其机理研究II.干扰现象的进一步探讨[J].光谱学与光谱分析,1993(4): 43-49.
- [12] 张璇.基体分离-ICP-MS 测定高纯钨、高纯铅中痕量杂质元素方法研究[D].北京有色金属研究总院,2022.