

# ICP-MS 法测定镍铂合金中 17 个杂质元素

赵万春, 李秋莹\*, 朱武勋, 李玉萍, 马媛

(云南省贵金属新材料控股集团股份有限公司 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:** 试样以盐酸-硝酸溶解, 建立了电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)测定镍铂合金中 17 个杂质元素的方法。采用标准模式测定 Mg、Al、Ti、Cr、Mn、Co、Zn、Cu、Zr、Pd、Ag、Sn、Sm、和 Pb, 氨气反应模式测定 Si 和 Fe(氨气流速分别为 0.2 和 0.25 mL/min); 氦气反应模式测定 V(氨气流速为 5 mL/min, 考察了基体效应对测定结果的影响, 采用内标校正提高分析的准确性, 其中 Mg、Al、Ti、Cr、V、Mn、Fe、Co、Zn 和 Si 以 Sc 为内标, Cu、Zr、Pd、Ag 和 Sn 以 Y 为内标, Sm 和 Pb 以 Re 为内标。测定各元素的线性相关系数( $r$ )不小于 0.9996, 方法检出限为 0.0025~0.78 ng/mL。对 NiPt5、NiPt15、NiPt60 样品中 17 个杂质元素进行测定, 相对标准偏差( $RSD$ )为 0.86%~13.07%, 加标回收率 89.0%~116.5%, 方法满足镍铂合金靶材的测定要求。

**关键词:** 分析化学; 靶材; 镍铂合金; 杂质元素; 电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS); 反应池技术(DRC); 碰撞池技术(KED)

中图分类号: O657.63 文献标识码: A 文章编号: 1004-0676(2024)02-0081-07

## Determination of 17 impurity elements in Ni-Pt alloy by ICP-MS

ZHAO Wanchun, LI Qiuying\*, ZHU Wuxun, LI Yuping, MA Yuan

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

**Abstract:** After the sample of nickel-platinum alloy was digested in the mixture of hydrochloric acid and nitric acid, seventeen impurity elements were determined by inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS). The analysis of Mg, Al, Ti, Cr, Mn, Co, Zn, Cu, Zr, Pd, Ag, Sn, Sm and Pb was performed by using the normal mode whereas the measurement of Si and Fe were carried out by using NH<sub>3</sub> as the reaction gas at a flow rate 0.2 and 25 mL/min, respectively. Finally, V content was analyzed by choosing He as the reaction gas at a flow rate of 5 mL/min. The effect of the matrix on the determination was investigated. Internal standard method was used to improve the accuracy. Sc was selected as an internal standard for correcting Mg, Al, Ti, Cr, V, Mn, Fe, Co, Zn, Si, and Y for Cu, Zr, Pd, Ag, Sn, and Re for Sm and Pb. The linear correlation coefficient ( $r$ ) was larger than 0.9997. The detection limits were 0.0025 ~0.78 ng/mL, and the recoveries of standard addition were 89.0%~116.5%. The relative standard deviation ( $RSD$ ) was found to be 0.86%~13.07% for all 17 elements. The method developed in this work can be applied to the analysis of Ni-Pt alloy target materials.

**Key words:** analytical chemistry; target materials; nickel platinum alloy; impurity elements; ICP-MS; reaction cell technology (DRC); collision pool technology (KED)

收稿日期: 2023-05-17

基金项目: 国家标准制定任务(20213154-T-610)

第一作者: 赵万春, 男, 工程师; 研究方向: 贵金属化学分析; E-mail: zhaowanchun@catarc.ac.cn

\*通信作者: 李秋莹, 女, 正高级工程师; 研究方向: 贵金属化学分析; E-mail: liqiuyun0922@163.com

镍铂合金靶材被广泛应用于半导体工业中,成为保证半导体器件性能和发展半导体技术的关键材料。镍与铂同属过渡族金属,其中镍表现为铁磁性,铂表现为顺磁性,因此随铂含量的增加,Ni-Pt合金磁性减弱,由铁磁性向顺磁性转变,因铂含量的增加能够提高薄膜的高温稳定性,并且改善界面形貌,减少侵占缺陷。所以不同铂含量的镍铂合金靶材在半导体制造工艺中发挥了重要作用<sup>[1]</sup>,半导体用溅射镍铂合金靶材对质量要求非常高,尤其是对化学纯度的控制,原因是杂质的存在将严重影响靶材及相应薄膜的质量,引起溅射时异常放电等现象。目前国内外镍铂合金靶材在纯度方面的差距显著,因此杂质元素分析结果的准确是确保产品质量的重要条件之一,也是判定产品等级的重要指标,是保证公平、公正交易的前提条件。镍铂合金靶材有7个产品牌号<sup>[2]</sup>(NiPt3、NiPt5、NiPt10、NiPt15、NiPt30、NiPt45、NiPt60),每个牌号产品分为三个等级要求。

目前贵金属产品中杂质含量的测定方法主要有电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)<sup>[3-5]</sup>、电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)<sup>[6-7]</sup>、辉光放电质谱法(GD-MS)<sup>[8]</sup>。ICP-AES具有分析速度快、灵敏度高、线性范围宽、基体效应小等特点,被广泛应用于贵金属。但由于仪器检出限的制约,难于满足含量99.99%以上样品的杂质分析;GD-MS因无标样,只能给出半定量结果,杂质测定误差较大,对高纯金属材料杂质测定难以满足要求。ICP-MS具有检出限低、谱线简单、能进行多元素同时分析等优点,目前在有色、地质、环保、卫生等领域已得到广泛的应用。镍铂靶材<sup>[2]</sup>附录C电感耦合等离子体质谱法测定镍铂靶材中微量杂质含量,文中没有介绍干扰元素Fe、Si、V消除干扰的测定技术及内标选择控制元素,也没有测定产品标准99.995%级别必测元素Ag及生产过程中易存元素Pd、Zr。

本文采用ICP-MS法测定镍铂合金中17个杂质元素,对存在干扰的Si、Fe和V元素,Si和Fe以NH<sub>3</sub>为反应气,应用DRC技术消除干扰后进行测定;V以He为反应气,应用KED技术消除干扰后进行测定;其余不受质谱干扰的元素采用内标补偿标准模式直接测定。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器及其工作参数

电感耦合等离子质谱仪(PE 300D型ICP-MS):旋流雾化器;石英炬管;铂采样锥;铂截取锥。

ICP-MS仪工作参数:功率1300 W;等离子体气流量18 L/min;辅助气流量1.2 L/min;雾化气流量0.78 L/min。

### 1.2 试剂

#### 1.2.1 实验试剂等级

盐酸和硝酸均为特纯(MOS)级,实验用水为电阻率为18.2 M $\Omega$ ·cm的超纯水。

#### 1.2.2 标准储备溶液

Mg、Al、Ti、Cr、Mn、Co、Zn、Cu、Zr、Pd、Ag、Sn、Sm、Pb、Fe、Si、V的标准储备溶液(1.00 mg/mL):采用纯金属(质量分数 $\geq$ 99.99%)或基准物质分别配制。工作溶液由标准储备溶液逐级稀释制备。

#### 1.2.3 混合标准溶液参照<sup>[6]</sup>配制

1<sup>#</sup>混合标准溶液:浓度为1.0  $\mu$ g/mL的Ti、Ag、Sn、Sm混合溶液。

2<sup>#</sup>混合标准溶液:浓度为1.0  $\mu$ g/mL的Al、Zn、Cr、Mn、V、Pd、Pb混合溶液。

3<sup>#</sup>混合标准溶液:浓度为1.0  $\mu$ g/mL的Mg、Cu、Fe、Co、Zr混合溶液。

4<sup>#</sup>标准溶液:浓度为1.0  $\mu$ g/mL的Si溶液。

混合内标溶液:浓度为1.0  $\mu$ g/mL的Sc、Y、Re混合溶液。

#### 1.2.4 工作曲线系列标准溶液

在四组100 mL塑料容量瓶中,分别移取1<sup>#</sup>~4<sup>#</sup>标准溶液置于四组容量瓶中,加入2 mL混合内标溶液,5 mL盐酸,用水稀释至刻度,配制为四组不同的系列标准溶液。Ti、Ag、Sn和Sm的质量浓度依次为0、0.10、1.0、10.0、50.0和100.0 ng/mL的系列混合标准溶液;Al、Zn、Cr、Mn、V、Pd和Pb的质量浓度依次为0、0.50、5.0、20.0、50.0和100.0 ng/mL的系列混合标准溶液;Mg、Cu、Fe、Co和Zr的质量浓度依次为0、1.0、5.0、20.0、50.0和100.0 ng/mL的系列混合标准溶液;Si的质量浓度依次为0、5.0、10.0、20.0、50.0和100.0 ng/mL的系列标准溶液。

### 1.3 实验方法

称取0.10 g(精确至0.0001 g)镍铂样品至100 mL聚四氟乙烯烧杯中,加入6 mL盐酸和2 mL硝酸,低温加热至溶解完全,转入100 mL塑料容量瓶中,用水洗涤聚四氟乙烯杯盖及杯壁,合并洗涤液至100 mL塑料容量瓶中,加入2.0 mL混合内标溶液,用水稀释至刻度。混匀,待测。样品处理过程中,同时做试剂空白。

## 1.4 ICP-MS 测定

Si 和 Fe 用 Sc 内标控制动态反应池(DRC)技术测定, V 用 Sc 内标控制碰撞反应池(KED)技术测定, 其余元素用内标法控制标准模式测定, 得到系列标准溶液和待测试液中不同元素的信号强度, 由仪器自动计算给出试液中各元素的浓度。

## 2 结果与讨论

### 2.1 测定同位素质量数的选择

在厂家推荐的仪器工作条件下, 每个待测元素选择 2~3 个同位素, 建立 ICP-MS 测定方法。对混合杂质元素级差标准溶液进行测定, 制作工作曲线, 查看每条谱线的线性相关系数, 选择线性系数大于 0.999, 且测定无干扰或干扰较小的同位素作为测定谱线。最终选择确定的各杂质元素测定同位素为  $^{24}\text{Mg}$ 、 $^{27}\text{Al}$ 、 $^{28}\text{Si}$ 、 $^{48}\text{Ti}$ 、 $^{51}\text{V}$ 、 $^{52}\text{Cr}$ 、 $^{55}\text{Mn}$ 、 $^{59}\text{Co}$ 、 $^{56}\text{Fe}$ 、 $^{63}\text{Cu}$ 、 $^{66}\text{Zn}$ 、 $^{91}\text{Zr}$ 、 $^{106}\text{Pd}$ 、 $^{107}\text{Ag}$ 、 $^{118}\text{Sn}$ 、 $^{154}\text{Sm}$ 、 $^{208}\text{Pb}$ 。

### 2.2 DRC 技术消除对 Fe、Si 的干扰, KED 技术消除对 V 的干扰

在镍铂合金纯度分析中,  $\text{ArO}^+$ 对 Fe、 $\text{NN}^+$ 及仪器本身对 Si 的测定有干扰<sup>[6]</sup>,  $\text{ClO}^-$ 对 V 的测定有影响, 采用动态反应池(DRC)技术消除  $\text{ArO}^+$ 、 $\text{NN}^+$ 对 Fe 和 Si 的干扰, 碰撞反应池(KED)技术消除  $\text{ClO}^-$ 对 V 的干扰。经测定 1 ng/mL 的 Fe、V 和 10 ng/mL 的 Si 标准溶液优化, 确定最佳参数为: 测定  $^{28}\text{Si}$  时氨气流速 0.2 mL/min, 控制参数(RPq)为 0.6; 测定  $^{56}\text{Fe}$  时氨气流速为 0.25 mL/min, RPq 为 0.45; 测定  $^{51}\text{V}$  时氨气流速 5 mL/min, RPq 为 0.45。

### 2.3 内标法校正基体干扰

由于镍铂合金中含有大量镍、铂基体元素, 在质谱分析过程中会产生基体效应干扰测定。对基体效应的校正, 最简单有效的方法是内标法<sup>[9-10]</sup>。本文用 0.1~1.0 mg/mL 的镍基体进行实验, 研究采用不同内标元素对杂质元素测定的补偿作用, 结果列于表 1。1.0 mg/mL 的铂基体实验结果见文献[6]。

从表 1 可以看出, 不同的内标元素可在一定程度上抑制镍基体对待测元素的基体效应。内标元素 Sc 对待测元素 Al、Ti、Cr、V、Mn、Fe、Co、Zn、Si, Y 对待测元素 Cu、Zr、Pd、Ag、Sn, Re 对待测元素 Sm、Pb 补偿作用明显, 经内标补偿后, 镍含量从 0.1~1 mg/mL 对所测元素基本无影响, 故选择 Sc、Y 和 Re 作为内标元素。

表 1 内标对不同镍基体的补偿作用

Tab.1 Compensation of the internal standard on different amounts of nickel matrix

Ni基体/(mg/mL)		0.1	0.3	0.5	0.7	1.1
元素	内标	测定值/(ng/mL)				
Mg	Sc	2.786	2.943	2.755	2.864	2.795
Al	Sc	1.360	1.186	1.291	1.283	1.284
Ti	Sc	0.136	0.131	0.129	0.141	0.137
V	Sc	-0.017	-0.004	0.055	-0.011	-0.007
Cr	Sc	0.328	0.307	0.317	0.316	0.326
Mn	Sc	-0.061	-0.004	-0.098	0.078	0.043
Co	Sc	0.125	0.136	0.129	0.131	0.133
Fe	Sc	1.113	1.217	1.187	1.226	1.224
Cu	Y	1.101	1.005	1.152	1.067	1.145
Zn	Sc	0.681	0.667	0.656	0.643	0.664
Zr	Y	0.178	0.183	0.176	0.180	0.179
Pd	Y	0.006	-0.0113	0.078	-0.011	-0.022
Ag	Y	0.098	0.107	0.096	0.103	0.108
Sn	Y	0.633	0.645	0.653	0.672	0.657
Sm	Re	0.001	-0.001	0.002	0.002	0.009
Pb	Re	1.085	1.028	1.123	1.097	1.056
Si	Sc	3.125	3.178	3.185	3.261	3.192

### 2.4 校准曲线和方法检出限

在上述仪器条件下, 通过标准溶液制作工作曲线, 用 1 mg/mL NiPt15 样品溶液测定其在各杂质元素所选同位素质量数处测得的质量浓度值, 平行测定 11 次, 计算标准偏差, 以标准偏差的 3 倍来作为方法的检出限。方法的线性范围、相关系数、检出限结果列于表 2。由表 2 可见, 各待测元素的相关系数都不小于 0.9996, 各待测元素的检出限为 0.0025~0.78 ng/mL, 满足镍铂合金 99.95~99.995 产品中杂质测定要求。

### 2.5 加标回收率

称取 NiPt5、NiPt15、NiPt60 样品各 7 份, 每份 0.10 g, 3 份做本底, 另外 4 份加入不同含量的杂质标准溶液, 按实验方法处理后进行测定, 结果见表 3。从表 3 可以看出, NiPt5、NiPt15、NiPt60 样品加标回收率为 89.0%~116.5%, 能够满足实际样品分析对准确度的要求。

### 2.6 方法精密度

采用 NiPt5、NiPt15、NiPt60 样品中加入低(0.0001%、0.0005%)中(0.001%、0.005%)高(0.01%)不同量的杂质元素。配制低、中、高各 11 份样品,

分别进行 11 份样品实验测定, 计算平均值和相对标准偏差(*RSD*), 结果列入表 4。从表 4 可以看出, 低、

中、高各 11 份样品测定的 *RSD* 为 0.86%~13.07%。满足镍铂合金中杂质元素的测定要求。

表 2 杂质元素的检出限

Tab.2 Detection limits of the impurities

元素	线性范围 (ng/mL)	线性相关 系数( <i>r</i> )	检出限( $X_N$ ) (ng/mL)	元素	线性范围 (ng/mL)	线性相关 系数( <i>r</i> )	检出限( $X_N$ ) (ng/mL)	元素	线性范围 (ng/mL)	线性相关 系数( <i>r</i> )	检出限( $X_N$ ) (ng/mL)
Mg	1~100	0.9996	0.13	Co	1~100	0.9999	0.15	Ag	0.1~100	0.9999	0.093
Al	0.5~100	0.9997	0.26	Fe	1~100	0.9997	0.48	Sn	0.1~100	0.9999	0.088
Ti	0.1~100	1.000	0.062	Cu	1~100	0.9999	0.21	Sm	0.1~100	1.000	0.0025
V	0.5~100	0.9999	0.033	Zn	0.5~100	0.9997	0.25	Pb	0.5~100	0.9999	0.069
Cr	0.5~100	0.9998	0.22	Zr	1~100	1.000	0.021	Si	5~100	0.9996	0.78
Mn	0.5~100	1.000	0.021	Pd	0.5~100	0.9999	0.11	/			

表 3 样品加标回收率

Tab.3 Recovery rates of the added standard

(ng/mL)

NiPt5 样品														
同位素	本底值	加标值	测定值	回收率/%	同位素	本底值	加标值	测定值	回收率/%	同位素	本底值	加标值	测定值	回收率/%
<sup>24</sup> Mg	1.502	1.00	2.573	107.1	<sup>59</sup> Co	1.671	1.00	2.589	91.8	<sup>107</sup> Ag	1.323	0.50	1.831	101.6
		5.00	6.550	101.0			5.00	6.789	102.4			5.00	6.411	101.8
		50.00	56.21	109.4			50.00	53.17	103.0			50.00	51.71	100.8
		100.0	115.2	113.7			100.0	106.7	105.0			100.0	100.9	99.6
<sup>27</sup> Al	1.786	0.50	2.316	106.0	<sup>56</sup> Fe	17.20	1.00	18.27	107.0	<sup>118</sup> Sn	3.872	0.50	4.399	105.4
		5.00	6.793	100.1			5.00	22.46	105.2			5.00	9.121	105.0
		50.00	54.31	105.0			50.00	67.37	100.3			50.00	54.21	100.7
		100.0	104.7	102.9			100.0	115.35	98.2			100.0	102.8	98.9
<sup>48</sup> Ti	2.234	0.50	2.685	90.2	<sup>63</sup> Cu	3.132	1.00	4.167	103.5	<sup>154</sup> Sm	0.027	0.50	0.529	100.4
		5.00	7.189	99.1			5.00	8.471	106.8			5.00	5.061	100.7
		50.00	54.95	105.4			50.00	52.78	99.3			50.00	54.19	108.3
		100.0	104.5	102.3			100.0	102.9	99.8			100.0	99.21	99.2
<sup>51</sup> V	-0.062	0.50	0.441	100.6	<sup>66</sup> Zn	0.871	0.50	1.369	99.6	<sup>208</sup> Pb	-0.172	0.50	0.317	97.8
		5.00	5.047	102.2			5.00	5.795	98.5			5.00	4.979	103.0
		50.00	50.32	100.8			50.00	51.76	101.8			50.00	52.07	104.5
		100.0	98.11	98.2			100.0	113.6	112.7			100.0	105.3	105.5
<sup>52</sup> Cr	0.786	0.50	1.275	97.8	<sup>91</sup> Zr	0.135	1.00	1.147	101.2	<sup>28</sup> Si	3.123	5.00	8.349	104.5
		5.00	6.082	105.9			5.00	4.937	96.0			50.00	56.45	106.7
		50.00	51.95	102.3			50.00	48.97	97.7			100.0	113.2	110.1
		100.0	104.7	103.9			100.0	98.14	98.0					
<sup>55</sup> Mn	0.167	0.50	0.687	104.0	<sup>106</sup> Pd	1.450	0.50	1.978	105.6					
		5.00	5.469	106.0			5.00	6.520	101.4					
		50.00	51.11	101.9			50.00	49.79	96.7					
		100.0	102.2	102.1			100.0	96.37	94.9					
NiPt15 样品														
同位素	本底值	加标值	测定值	回收率/%	同位素	本底值	加标值	测定值	回收率/%	同位素	本底值	加标值	测定值	回收率/%
<sup>24</sup> Mg	1.201	1.00	2.229	102.8	<sup>59</sup> Co	2.321	1.00	3.234	91.3	<sup>107</sup> Ag	2.351	0.50	2.854	100.6
		5.00	6.050	97.0			5.00	7.499	103.6			5.00	7.488	102.7
		50.00	58.25	114.1			50.00	55.92	107.2			50.00	53.75	102.8
		100.0	117.7	116.5			100.0	110.2	107.9			100.0	101.6	99.3
<sup>27</sup> Al	2.660	0.50	3.174	102.8	<sup>56</sup> Fe	21.91	1.00	23.04	113.0	<sup>118</sup> Sn	5.325	0.50	5.850	105.0
		5.00	7.773	102.3			5.00	27.40	109.8			5.00	10.80	109.4
		50.00	55.61	105.9			50.00	69.37	94.9			50.00	56.13	101.6
		100.0	106.7	104.0			100.0	117.8	95.9			100.0	103.6	98.3

续表 3 (Tab.3 continued)

NiPt15 样品														
同位素	本底值	加标值	测定值	回收率/%	同位素	本底值	加标值	测定值	回收率/%	同位素	本底值	加标值	测定值	回收率/%
<sup>48</sup> Ti	3.137	0.50	3.585	89.6	<sup>63</sup> Cu	6.399	1.00	7.550	115.1	<sup>154</sup> Sm	0.047	0.50	0.564	103.4
		5.00	7.729	91.8			5.00	11.46	101.2			5.00	5.073	100.5
		50.00	56.98	107.7			50.00	52.10	91.4			50.00	54.43	108.8
		100.0	106.7	103.6			100.0	104.5	98.1			100.0	99.46	99.4
<sup>51</sup> V	-0.168	0.50	0.408	115.2	<sup>66</sup> Zn	1.35	0.50	1.867	103.4	<sup>208</sup> Pb	-0.479	0.50	-0.003	96.4
		5.00	5.072	104.8			5.00	6.723	107.5			5.00	4.900	107.6
		50.00	50.12	100.6			50.00	56.82	110.9			50.00	52.18	105.3
		100.0	97.37	97.5			100.0	116.1	114.7			100.0	106.2	105.7
<sup>52</sup> Cr	1.734	0.50	2.195	92.2	<sup>91</sup> Zr	0.105	1.00	1.143	103.8	<sup>28</sup> Si	3.393	5.00	8.694	106.0
		5.00	7.084	107.0			5.00	4.928	96.5			50.00	57.69	108.6
		50.00	53.89	104.3			50.00	48.71	97.2			100.0	117.0	113.6
		100.0	106.4	104.7			100.0	98.19	98.1					
<sup>55</sup> Mn	0.234	0.50	0.756	104.4	<sup>106</sup> Pd	2.21	0.50	2.724	102.8					
		5.00	5.678	108.9			5.00	7.310	102.0					
		50.00	51.65	102.8			50.00	49.94	95.5					
		100.0	104.7	104.5			100.0	95.65	93.4					
NiPt60 样品														
同位素	本底值	加标值	测定值	回收率/%	同位素	本底值	加标值	测定值	回收率/%	同位素	本底值	加标值	测定值	回收率/%
<sup>24</sup> Mg	1.112	1.00	2.124	101.2	<sup>59</sup> Co	2.230	1.00	3.178	94.8	<sup>107</sup> Ag	2.465	0.50	2.990	105.0
		5.00	6.100	99.8			5.00	7.437	104.1			5.00	7.499	100.7
		50.00	57.11	112.0			50.00	55.12	105.8			50.00	54.13	103.3
		100.0	111.7	110.6			100.0	108.1	105.9			100.0	101.3	98.9
<sup>27</sup> Al	2.573	0.50	3.101	105.6	<sup>56</sup> Fe	15.25	1.00	16.37	112.0	<sup>118</sup> Sn	4.313	0.50	4.780	93.4
		5.00	7.581	100.2			5.00	20.68	108.6			5.00	9.661	107.0
		50.00	55.62	106.1			50.00	66.18	101.9			50.00	54.77	100.9
		100.0	106.7	104.1			100.0	113.1	97.8			100.0	103.1	98.8
<sup>48</sup> Ti	3.321	0.50	3.785	92.8	<sup>63</sup> Cu	4.564	1.00	5.713	114.9	<sup>154</sup> Sm	0.071	0.50	0.565	98.8
		5.00	8.229	98.2			5.00	9.890	106.5			5.00	5.078	100.1
		50.00	56.67	106.7			50.00	51.07	93.0			50.00	54.40	108.7
		100.0	106.3	103.0			100.0	104.1	99.5			100.0	99.26	99.2
<sup>51</sup> V	-0.118	0.50	0.427	109.0	<sup>66</sup> Zn	1.152	0.50	1.667	103.0	<sup>208</sup> Pb	-0.335	0.50	0.110	89.0
		5.00	5.097	104.3			5.00	6.231	101.6			5.00	4.913	105.0
		50.00	50.07	100.4			50.00	54.80	107.3			50.00	52.02	104.7
		100.0	98.79	98.9			100.0	110.9	109.7			100.0	105.2	105.5
<sup>52</sup> Cr	1.521	0.50	2.003	96.4	<sup>91</sup> Zr	0.117	1.00	1.131	101.4	<sup>28</sup> Si	3.510	5.00	8.710	104.0
		5.00	6.573	101.0			5.00	4.896	95.6			50.00	57.21	107.4
		50.00	52.38	101.7			50.00	48.89	97.5			100.0	111.6	108.1
		100.0	104.8	103.3			100.0	98.37	98.3					
<sup>55</sup> Mn	0.267	0.50	0.791	104.8	<sup>106</sup> Pd	2.352	0.50	2.879	105.4					
		5.00	5.772	110.1			5.00	7.387	100.7					
		50.00	51.59	102.6			50.00	50.13	95.6					
		100.0	104.9	104.6			100.0	96.57	94.2					

表 4 方法精密度(n=11)

Tab.4 Precision of the analytical method (n=11)

NiPt5 样品						
元素	低量		中量		高量	
	平均值/%	RSD/%	平均值/%	RSD/%	平均值/%	RSD/%
Mg	0.000105	11.03	0.00106	5.24	0.00956	4.15
Al	0.000104	3.78	0.00105	6.13	0.0107	4.63
Ti	0.000107	5.31	0.00104	3.38	0.0110	1.89
V	0.000104	4.91	0.00110	3.12	0.0102	1.56
Cr	0.000104	8.78	0.00109	3.26	0.0104	2.10
Mn	0.000105	5.81	0.00110	2.67	0.0103	1.95
Co	0.000102	5.95	0.00105	2.65	0.0104	1.71
Fe	0.000107	6.10	0.00109	7.13	0.00990	3.93

续表 4 (Tab.4 continued)

元素	NiPt5 样品					
	低量		中量		高量	
	平均值/%	RSD/%	平均值/%	RSD/%	平均值/%	RSD/%
Cu	0.000106	7.42	0.00109	2.93	0.0102	1.23
Zn	0.000104	8.67	0.00105	5.45	0.00987	3.42
Zr	0.000100	3.21	0.000998	1.78	0.0103	2.59
Pd	0.000102	6.93	0.000967	2.56	0.00924	1.21
Ag	0.000106	7.89	0.00103	1.91	0.00897	1.13
Sn	0.000103	6.97	0.00105	3.51	0.0103	2.13
Sm	0.000105	2.63	0.00103	1.36	0.0104	0.97
Pb	0.0000995	8.12	0.00107	6.37	0.0103	2.31
Si	0.000517	8.56	0.00507	3.14	0.0107	6.42
元素	NiPt15 样品					
	低量		中量		高量	
	平均值/%	RSD/%	平均值/%	RSD/%	平均值/%	RSD/%
Mg	0.000108	13.07	0.00104	4.33	0.00935	3.32
Al	0.000108	4.08	0.00107	5.39	0.0106	3.83
Ti	0.000108	5.11	0.00103	3.17	0.0110	1.93
V	0.000104	5.40	0.00114	2.99	0.0101	1.21
Cr	0.000103	9.64	0.00111	2.37	0.0102	1.90
Mn	0.000104	6.41	0.00115	2.08	0.0104	1.99
Co	0.000101	5.60	0.00104	2.06	0.0102	1.69
Fe	0.000109	5.54	0.00107	6.16	0.00981	2.81
Cu	0.000108	8.20	0.0011	2.60	0.00941	1.00
Zn	0.000103	7.18	0.00103	4.58	0.00944	2.38
Zr	0.0000992	2.40	0.000995	1.01	0.0102	2.55
Pd	0.000101	7.68	0.000949	1.99	0.00910	0.92
Ag	0.000105	7.56	0.00101	1.36	0.00872	0.99
Sn	0.000102	6.80	0.00101	2.69	0.0104	2.02
Sm	0.000106	2.81	0.00103	1.64	0.0104	0.86
Pb	0.0000993	7.20	0.00106	6.33	0.0105	1.95
Si	0.000539	7.01	0.00509	2.74	0.0105	5.49
元素	NiPt60 样品					
	低量		中量		高量	
	平均值/%	RSD/%	平均值/%	RSD/%	平均值/%	RSD/%
Mg	0.000106	10.21	0.00106	5.12	0.0102	5.61
Al	0.000105	4.91	0.00109	6.58	0.0103	3.12
Ti	0.000106	5.74	0.00105	4.05	0.0108	2.95
V	0.000103	6.12	0.00112	2.78	0.0102	1.76
Cr	0.000103	9.76	0.00108	3.49	0.0103	1.99
Mn	0.000105	6.21	0.00109	2.76	0.0105	2.29
Co	0.000102	5.71	0.00103	3.07	0.0103	2.13
Fe	0.000108	6.24	0.00108	7.18	0.00990	4.37
Cu	0.000106	7.71	0.00110	3.64	0.00978	1.68
Zn	0.000104	7.56	0.00104	4.07	0.00953	3.57
Zr	0.0000997	3.45	0.000991	1.08	0.0104	3.59
Pd	0.000103	6.72	0.000954	1.67	0.00973	0.98
Ag	0.000105	6.83	0.00102	1.56	0.00891	1.01
Sn	0.000103	7.19	0.00103	2.98	0.0105	2.71
Sm	0.000104	2.24	0.00105	2.31	0.0103	0.89
Pb	0.0000989	7.03	0.00108	7.10	0.0106	1.99
Si	0.000541	8.34	0.00512	3.76	0.0107	6.79

### 3 结论

1) 本文采用内标控制与反应池(DRC)技术,较好地克服了基体效应及 Fe、Si 受到的质谱干扰;内标控制与碰撞池(KED)技术,较好地克服了基体效应及 V 受到的质谱干扰。建立了 ICP-MS 同时快速测定镍铂合金中 17 个杂质元素的方法。

2) 采用内标法可以较好克服基体效应,选择 Sc、Y 和 Re 作为内标元素。其中 Sc 对待测元素 Al、Ti、Cr、V、Mn、Fe、Co、Zn、Si, Y 对待测元素 Cu、Zr、Pd、Ag、Sn, Re 对待测元素 Sm、Pb 补偿作用明显。

3) NiPt5、NiPt15、NiPt60 样品加入杂质标准溶液回收率为 89.0%~116.5%,测定 NiPt5、NiPt15、NiPt60 样品中低、中、高含量杂质元素的相对标准偏差(RSD)为 0.86%~13.07%。满足镍铂合金中杂质元素的测定要求。

#### 参考文献:

- [1] 王一晴,郭俊梅,管伟明,等. 镍铂合金溅射靶材在半导体制造中的应用及发展趋势[J]. 贵金属, 2016, 37(3): 87-92.  
WANG Y Q, GUO J M, GUAN W M, et al. Application and development trend of NiPt alloy sputtering target in semiconductor manufacturing[J]. Precious Metals, 2016, 37(3): 87-92.
- [2] 全国有色金属标准化技术委员会. 镍铂靶材: YS/T 937-2013[S]. 北京: 中国标准出版社, 2013.  
SAC/TC 243. Nickel platinum target: YS/T 937-2013[S]. Beijing: Standard Press of China, 2013.
- [3] 李秋莹,甘建壮,何姣,等. 多元光谱拟合校正-电感耦合等离子体原子发射光谱法测定铱化合物中 19 种杂质元素[J]. 冶金分析, 2018,38(9): 63-68.  
LI Q Y, GAN J Z, HE J, et al. Determination of nineteen impurity elements in iridium compounds by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry with multi-component spectral fitting correction[J]. Metallurgical Analysis, 2018, 38(9): 63-68.
- [4] 任传婷,马媛,甘建壮,等. 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定纯钨中 26 种杂质元素[J]. 冶金分析, 2019, 39(5): 71-76.  
REN C T, MA Y, GAN J Z, et al. Determination of twenty-six impurity elements in pure ruthenium by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry[J]. Metallurgical Analysis, 2019, 39(5): 71-76.
- [5] 袁晓虹,李秋莹,甘建壮,等. 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定铂化合物中 21 种杂质元素[J]. 云南冶金, 2021, 50(5): 102-106.  
YUAN X H, LI Q Y, GAN J Z, et al. Determination of 21 impurity elements in platinum compounds by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry[J]. Yunnan Metallurgy, 2021, 50(5): 102-106.
- [6] 李光俐,何姣,周世平,等. ICP-MS 法测定高纯铂中 18 个痕量杂质元素[J]. 贵金属, 2015, 36(3): 60-66.  
LI G L, HE J, ZHOU S P, et al. Determination of 18 trace-impurities in high purity platinum by ICP-MS[J]. Precious Metals, 2015, 36(3): 60-66.
- [7] 李秋莹,甘建壮,李立新,等. ICP-MS 法测定高纯钯中 18 个痕量杂质元素[J]. 贵金属, 2017, 38(4): 49-55.  
LI Q Y, GAN J Z, LI L X, et al. Determination of 18 trace impurities in high purity palladium by ICP-MS[J]. Precious Metals, 2017, 38(4): 49-55.
- [8] 全国有色金属标准化技术委员会. 高纯铑化学分析方法 杂质元素含量的测定 辉光放电质谱法: YS/T 1495-2021[S]. 北京: 中国标准出版社, 2021.  
SAC/TC 243. Method for chemical analysis of high purity platinum - Determination of impurity elements contents - Glow discharge mass spectrometry: YS/T 1495-2021[S]. Beijing: Standard Press of China, 2021.
- [9] 周学忠,谢华林,李坦平,等. 电感耦合等离子体质谱法测定石油焦中 18 种金属元素[J]. 冶金分析, 2015, 35(4): 8-12.  
ZHOU X Z, XIE H L, LI T P, et al. Determination of eighteen metal elements in petroleum coke by inductively coupled plasma spectrometry[J]. Metallurgical Analysis, 2015, 35(4): 8-12.
- [10] 钟胜贤,卢现友,刘景麟,等. 电感耦合等离子体质谱法测定磷酸铁锂中杂质元素[J]. 冶金分析, 2015, 35(3): 19-24.  
ZHONG S X, LU X Y, LIU J L, et al. Determination of impurity elements in lithium iron phosphate by inductively coupled plasma spectrometry[J]. Metallurgical Analysis, 2015, 35(3): 19-24.