

电感耦合等离子体发射光谱法测定 稀土金属及其氧化物中的硅量

杜 梅^{1,2}, 王东杰^{1,2}, 杨学正^{1,2}, 刘晓杰^{1,2*}

(1. 包头稀土研究院 白云鄂博稀土资源研究与综合利用国家重点实验室, 内蒙古 包头 014030;
2. 稀土冶金及功能材料国家工程研究中心, 内蒙古 包头 014030)

摘 要:研究了电感耦合等离子体发射光谱法测定稀土金属及其氧化物中酸溶硅量的实验条件并建立了测定方法, 二氧化硅的测定范围为 0.010%~0.20%。样品用硝酸溶解, 采用基体匹配法做工作曲线, 根据方法中二氧化硅的检出限(0.5 $\mu\text{g/mL}$)和测定下限(0.010%), 确定测定液的基体浓度为 5 mg/mL , 从而确定了样品的称量质量。不同的样品选择的硅的分析谱线不同, 共选用了 251.611 nm、250.690 nm、212.412 nm 及 288.158 nm 四条分析谱线。共存的稀土元素及非稀土元素对选定的测定谱线干扰量小于 10%。测定结果与分光光度法的结果相符, 加标回收率在 92%~105%之间, 相对标准偏差(RSD, $n=11$)小于 10%。

关键词:15种稀土金属; 硅; 电感耦合等离子体发射光谱; 基体匹配法

中图分类号: O614.33

文献标识码: A

文章编号: 1004-0277(2022)01-0119-08

稀土元素由于具有优良的光、电、磁等物理特性和化学活性, 在各行各业尤其是高科技领域用途极广, 素有“工业维生素”之称。稀土并非一种元素, 而是十七种稀土元素的总称。在单一或混合稀土金属及其氧化物的产品标准中, 硅元素是常见的检测元素之一。在稀土标准分析方法中, 硅元素的检测根据其含量分别采用重量法^[1]、容量法^[1]、分光光度法^[2,3]和电感耦合等离子体发射光谱法^[2,5~8]等。近年来, 已报道的测定硅含量的文献也采用分光光度法^[9]、电感耦合等离子体发射光谱法^[10~16]及光电发射光谱法^[17]和 X-射线荧光光谱法^[18,19]等。

本文所研究的样品为稀土金属及其氧化物, 测定方法为电感耦合等离子体发射光谱法。在国家标准分析方法中, 该样品采用钼蓝分光光度法测定^[3]。因为稀土金属及其氧化物包括镧、铈、镨、钕、钐、铕、钆、铽、镱、镱、铈、钐、铕、钆、铽、镱及铈等单一元素组成的样品, 也有几种元素组合成的样品, 所涉及的种类较多, 因此在采用电感耦合等离子体发射光谱法测定此类样品中硅含量的过程中, 要充分考虑样品基体的影响, 这给测定带来一定难度。本文采用基体匹配法做工作曲线, 分别选择了适合不同稀土样品的分析谱线, 克服了不同稀土基体对硅元素的

收稿日期: 2020-08-14

作者简介: 杜 梅(1972-), 女, 河北献县人, 工学硕士, 教授, 主要从事化学分析工作, E-mail: dumei0223@163.com

* 通讯作者: 刘晓杰, 教授, E-mail: lzq1232484@163.com

DOI: 10.16533/J.CNKI.15-1099/TF.202201014

光谱干扰及基体效应,一个方法可以分别测定至少 15 种不同稀土金属及其氧化物或其混合物中硅的含量。方法采用硝酸溶解样品,较现行的国标方法简便,测定过程中无需稀释试液,测定简便、快捷、准确,而且由于采用仪器法可以同时测定多种元素,在此方法的基础上加入其他不同的检测元素,更可以大大提高检测效率,这是用化学检测方法无法比拟的。

1 实验部分

1.1 仪器及主要参数

仪器为安捷伦 5110 型光谱仪,主要参数:RF 功率为 1.2 kW;冷却气流量为 14 L/min;辅助气流量为 1.2 L/min;载气流量为 0.7 L/min。

1.2 试剂及标准溶液

硝酸,优级纯;过氧化氢,优级纯;二氧化硅标准贮存溶液:按常规方法配制,使用时配制成浓度为 100 $\mu\text{g/mL}$ 的二氧化硅标准溶液,保存于塑料瓶中。

1.3 工作曲线的配制

分别移取 100 $\mu\text{g/mL}$ 的二氧化硅标准溶液 0、

1.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL 于 5 个已加入 5 mg/mL 被测试料(已知硅含量的稀土基体)的 100 mL 容量瓶中,加入 1 mL 硝酸,以水稀释至刻度,混匀,配制成工作曲线系列。该标准系列溶液中二氧化硅的质量浓度分别为 0、1.00 $\mu\text{g/mL}$ 、5.00 $\mu\text{g/mL}$ 、10.00 $\mu\text{g/mL}$ 、20.00 $\mu\text{g/mL}$ 。

1.4 分析试液的制备

准确称取 0.50 g(精确至 0.0001 g)试样(如为金属氧化物试样,换算成单质的样重)于 150 mL 烧杯中,加水润湿,加入 5 mL 硝酸及数滴过氧化氢,低温加热至试样完全溶解。冷却至室温后移入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀,待测。

2 结果与讨论

2.1 分析线波长的选择

以十五种不同稀土元素(镧、铈、镨、钕、钐、铕、钆、铽、铈、钬、铊、镱、镱、铒、镱)样品为测定试样,测定试液浓度设定为 2 mg/mL ,分别加入不同体积的硅标液,根据光谱分析选择谱线的原则(光谱干扰少,谱线灵敏度高),选定了各自测试溶液中硅元素的分析谱线。表 1 为分析线波长。

表 1 分析线波长/nm
Table 1 Wavelength of analysis lines/nm

Sample	Wavelength	Sample	Wavelength	Sample	Wavelength	Sample	Wavelength
La	251.611	Ce	251.611	Pr	251.611,212.412	Nd	251.611
Sm	251.611	Eu	251.611	Gd	251.611	Tb	250.690
Dy	212.412	Ho	251.611	Er	251.611	Tm	251.611,212.412
Yb	288.158,212.412	Lu	251.611	Y	251.611		

2.2 共存元素干扰情况

2.2.1 稀土元素对测定元素的影响
在选定的分析线波长下,测定不同浓度的各稀土元素,以考察其对被测元素谱线的干扰,表 2 为测定结果。由结果可知,作为共存的各稀土元素浓度为 50 $\mu\text{g/mL}$ 时,在测定元素波长处产生的最大干扰浓度为 0.50 $\mu\text{g/mL}$,即干扰量最大为 1.0%,满

足分析检测的要求。
2.2.2 非稀土元素对测定元素的影响
在选定的分析线波长下,分别测定 50 $\mu\text{g/mL}$ 的钙、镁、铁、铝、铜、镍、锰、锌、铅、镉、钡、钼及钛等非稀土元素,以考察其对被测元素的干扰,各波长下二氧化硅的测定值均小于 0.20 $\mu\text{g/mL}$,即干扰量均小于 0.4%,可视为以上元素对测定元素无干扰。

表 2 稀土元素的干扰

Table 2 Interference of rare earth elements

Coexisting elements and concentrations	Determined value of silica/($\mu\text{g/mL}$)			
	212. 412/nm	250. 690/nm	251. 611/nm	288. 158/nm
50 $\mu\text{g/mL}$ La ₂ O ₃	<0. 10	<0. 10	<0. 10	<0. 10
50 $\mu\text{g/mL}$ CeO ₂	<0. 10	<0. 10	<0. 10	0. 12
50 $\mu\text{g/mL}$ Pr ₆ O ₁₁	<0. 10	<0. 10	<0. 10	<0. 10
50 $\mu\text{g/mL}$ Nd ₂ O ₃	<0. 10	<0. 10	<0. 10	<0. 10
50 $\mu\text{g/mL}$ Sm ₂ O ₃	<0. 10	<0. 10	<0. 10	0. 20
50 $\mu\text{g/mL}$ Eu ₂ O ₃	0. 50	<0. 10	<0. 10	<0. 10
50 $\mu\text{g/mL}$ Gd ₂ O ₃	<0. 10	<0. 10	<0. 10	<0. 10
50 $\mu\text{g/mL}$ Tb ₄ O ₇	<0. 10	<0. 10	0. 20	<0. 10
50 $\mu\text{g/mL}$ Dy ₂ O ₃	<0. 10	<0. 10	0. 12	0. 14
50 $\mu\text{g/mL}$ Ho ₂ O ₃	0. 14	0. 24	<0. 10	<0. 10
50 $\mu\text{g/mL}$ Er ₂ O ₃	<0. 10	<0. 10	<0. 10	<0. 10
50 $\mu\text{g/mL}$ Tm ₂ O ₃	0. 12	<0. 10	0. 12	0. 19
50 $\mu\text{g/mL}$ Yb ₂ O ₃	<0. 10	<0. 10	0. 22	<0. 10
50 $\mu\text{g/mL}$ Lu ₂ O ₃	<0. 10	<0. 10	<0. 10	<0. 10
50 $\mu\text{g/mL}$ Y ₂ O ₃	<0. 10	<0. 10	<0. 10	<0. 10

2.3 方法检出限

在选定的测定条件下,对试剂空白溶液测定 11 次,以其 10 倍的标准偏差作为方法中被测元素的检出限。表 3 为测定结果。在检出限已知的情

况下,方法的测定下限与测定试液的浓度有关。本方法中样品溶解、定容后直接测定,没有进行稀释,因此在测定下限为 0. 010%时,对应的基体浓度为方法检出限与测定下限的乘积,即 5 mg/mL。

表 3 检出限结果/($\mu\text{g/mL}$)

Table 3 Detection limit/($\mu\text{g/mL}$)

Wavelength/nm	212. 412	250. 690	251. 611	288. 158
Determined value	-0. 0303, -0. 0086, 0. 0003,	0. 0117, 0. 0401, 0. 0179,	-0. 0058, 0. 0160, 0. 0038,	0. 0068, 0. 0002, -0. 0172,
	0. 0954, 0. 0984, 0. 1078,	0. 0984, 0. 1305, 0. 1258,	-0. 0035, 0. 0183, 0. 0063,	0. 0645, 0. 0548, 0. 0580,
	-0. 0096, 0. 0340, 0. 0193,	0. 0248, 0. 0204, -0. 0040,	0. 0267, 0. 0278, 0. 0043,	0. 0735, 0. 0774, 0. 0555,
	0. 0062, 0. 0060	0. 0053, 0. 0631	0. 0364, 0. 0278	0. 0497, 0. 0749
SD	0. 0488	0. 0487	0. 0142	0. 0330
Detection limit	0. 49	0. 49	0. 14	0. 33

2.4 称样量的确定

金属样品较容易出现偏析现象,因此被测元素的含量有时与样品称样量有关。为保证样品中被测元素的含量能代表样品中被测元素的实际含量,

试验了称样量对测定结果的影响。表 4 为测定结果。由表 4 可知,金属镱中二氧化硅的含量小于测定下限,不能提供数据参考。对于金属钆样品,0. 42 g 与 0. 84 g、2. 10 g 中所测元素含量一致,因此

称取 0.42 g 金属样品可保证样品中所测元素的含量均匀。

2.5 溶样酸的选择

本方法所测硅量为酸溶硅的含量,因此试验了盐酸与硝酸对金属样品中所测元素的溶解程度。结果见表 5。由表 5 可知,金属样品采用盐酸与硝酸溶解,结果差别很大。稀土金属在炼制过

程会有少量的碳、氮元素掺杂在产品中与硅形成碳化硅或氮化硅,这两种硅的化合物不与盐酸反应(盐酸为还原性酸),会与硝酸(氧化性酸)反应,因而硝酸对样品中的硅溶解完全,结果高于盐酸溶解的硅。稀硝酸与浓硝酸对样品中硅的溶解能力一致。因此方法采用稀硝酸或浓硝酸溶解样品。

表 4 称样量结果
Table 4 Sample weighing

Sample	Weighing/ g	Determined value/($\mu\text{g/mL}$)	Weighing/ g	Determined value/($\mu\text{g/mL}$)	Weighing/ g	Determined value/ ($\mu\text{g/mL}$)
Gd metal	0.4251	0.72,0.74	0.8415	0.72,0.75	2.1012	0.69,0.73
Yb metal	0.4302	<0.50,<0.50	0.8447	<0.50,<0.50	2.1038	<0.50,<0.50

表 5 溶样酸的选择
Table 5 Choice of dissolves acid

Dissolves acid	Sample	Determined value/($\mu\text{g/mL}$)	Dissolves acid	Sample	Determined value/($\mu\text{g/mL}$)
HCl	Gd metal	0.20,0.20	HCl	Yb metal	<0.50,<0.50
(1+1)HNO ₃		0.74,0.74	(1+1)HNO ₃		<0.50,<0.50
HNO ₃		0.74,0.74	HNO ₃		<0.50,<0.50

2.6 精密度实验

因为稀土金属及其氧化物涉及的试样种类较多,除单一稀土元素样品外,也有组成不同的稀土元素混合样品。本方法选取镨钕氧化物、金属钐、金属铈作为统一样,这几个样品包括了氧化物、金属、稀土混合物及单质,具有一定的代表性。

称取 0.50 g 镨钕氧化物样品,溶解后,分别加入 100 $\mu\text{g/mL}$ 的二氧化硅标准溶液 0.20 mL、5.00 mL、10.00 mL 的各 11 份于 100 mL 不同容量瓶中,制成镨钕氧化物-样品 1(PNO-1)、镨钕氧化物-样品 2(PNO-2)、镨钕氧化物-样品 3(PNO-3)三种合成样,在选定的分析线波长下进行测定。表 6 为各样品的精密度。

称取 0.43 g 金属钐样品,溶解后,分别加入 100 $\mu\text{g/mL}$ 的二氧化硅标准溶液 0、2.00 mL、10.00 mL、20.00 mL 各 11 份于 100 mL 不同容量瓶中,制成 Gd-1、Gd-2、Gd-3、Gd-4 四种合成样,在选定的分析线波长下进行测定。表 7 为各样品的精密度。

称取 0.435 g 金属铈样品,溶解后,分别加入 100 $\mu\text{g/mL}$ 的二氧化硅标准溶液 1.00 mL、5.00 mL、20.00 mL 各 11 份于 100 mL 不同容量瓶中,制成 Yb-1、Yb-2、Yb-3 三种合成样,在选定的分析线波长下进行测定。表 8 为各样品的精密度。由表 8 可见,镨钕氧化物、金属钐、金属铈系列样品的含量范围从 0.010%左右到 0.20%左右,相对标准偏差均小于 10%,满足分析检测的要求。

表 6 镨钕氧化物样品精密度结果/%
Table 6 Precision of praseodymium oxide/%

Sample and wavelength			Determined value of silica	Average	RSD
PNO-1	251. 611 nm	0. 0115, 0. 0119, 0. 0108, 0. 0106, 0. 0125, 0. 0125, 0. 0110, 0. 0126, 0. 0132, 0. 0114, 0. 0108		0. 0117	7. 24
PNO-2	251. 611 nm	0. 108, 0. 105, 0. 108, 0. 108, 0. 111, 0. 112, 0. 113, 0. 112, 0. 106, 0. 107, 0. 108		0. 109	2. 38
PNO-3	251. 611 nm	0. 209, 0. 208, 0. 207, 0. 208, 0. 213, 0. 207, 0. 208, 0. 210, 0. 202, 0. 204, 0. 203		0. 207	1. 46

表 7 金属钆样品精密度结果/%
Table 7 Precision of gadolinium/%

Sample and wavelength		Determined value of silicon	Average	RSD
Gd-1	251. 611 nm	0. 00786,0. 00780,0. 00808,0. 00825,0. 00745,0. 00783,0. 00721,0. 00714,0. 00842,	0. 00773	5. 14
		0. 00739,0. 00760		
Gd-2	251. 611 nm	0. 0283,0. 0281,0. 0286,0. 0273,0. 0278,0. 0280,0. 0285,0. 0281,0. 0285,0. 0269,0. 0277	0. 0280	1. 80
Gd-3	251. 611 nm	0. 116,0. 117,0. 118,0. 118,0. 116,0. 117,0. 115,0. 117,0. 116,0. 116,0. 117	0. 117	0. 74
Gd-4	251. 611 nm	0. 225,0. 229,0. 227,0. 227,0. 227,0. 229,0. 228,0. 226,0. 227,0. 229,0. 227	0. 227	0. 58

表 8 金属镱样品精密度结果/%
Table 8 Precision of ytterbium/%

Sample and wavelength			Determined value of silicon	Average	RSD
Yb-1	212. 412 nm	0. 0113, 0. 00971, 0. 0107, 0. 0113, 0. 0112, 0. 0107, 0. 0112, 0. 0118, 0. 0103, 0. 00960, 0. 00928		0. 0107	7. 43
	288. 158 nm	0. 0112, 0. 0101, 0. 0108, 0. 0105, 0. 0107, 0. 00981, 0. 0106, 0. 0113, 0. 0110, 0. 0104, 0. 0111		0. 0107	4. 16
Yb-2	212. 412 nm	0. 0523, 0. 0524, 0. 0535, 0. 0529, 0. 0541, 0. 0540, 0. 0537, 0. 0531, 0. 0524, 0. 0516, 0. 0518		0. 0529	1. 56
	288. 158 nm	0. 0531, 0. 0526, 0. 0532, 0. 0530, 0. 0529, 0. 0534, 0. 0532, 0. 0527, 0. 0526, 0. 0531, 0. 0539		0. 0531	0. 704
Yb-3	212. 412 nm	0. 213, 0. 209, 0. 212, 0. 214, 0. 215, 0. 213, 0. 215, 0. 216, 0. 212, 0. 208, 0. 215		0. 213	1. 11
	288. 158 nm	0. 212, 0. 210, 0. 212, 0. 215, 0. 212, 0. 210, 0. 213, 0. 214, 0. 211, 0. 212, 0. 212		0. 212	0. 699

2. 7 回收率实验

在选定的测定条件下,在已知测定元素含量的样品中加入一定浓度的标准溶液,进行标准加入回

收实验。回收率结果见表 9。由表 9 可知,在不同的稀土样品中加入不同浓度的二氧化硅标准溶液,回收率在 98%~102%之间,满足分析检测的要求。

表 9 回收率结果/%
Table 9 Recovery result/%

Sample	Original results	Addition	Determined value	Recovery	Addition	Determined value	Recovery
Praseodymium oxide	0. 0080	0. 0040	0. 0117	92. 5	0. 20	0. 207	99. 5
Gd metal	0. 0077	0. 109	0. 117	100. 0	0. 217	0. 227	101. 1
Yb metal	/	0. 0107	0. 0107	100. 0	0. 215	0. 212	98. 6

2. 8 结果比对实验

为检验方法准确度,将本方法所测样品镨钕氧

化物、金属钆、金属镱的结果分别与分光光度法所测结果进行比较,结果见表 10。因为镨钕氧化物中

二氧化硅的结果小于本方法测定下限,表中结果为标加后的测定结果与标加值的差值,虽然不是直接测定,但可间接反映原结果。Gd-样品 2(Si)与 Yb-样品 1(Si)样品结果与分光光度法一致。由此可知,本方法可准确测定稀土金属及其氧化物中的硅含量。

表 10 不同方法结果比对/%

Method name	Sample name and result		
	PNO-1(SiO ₂)	Gd-2(Si)	Yb-1(Si)
ICP-AES	0.0077	0.0280	0.0107
Spectrophotometry	0.0080	0.0265	0.0120

3 结论

采用基体匹配法测定稀土金属及其氧化物中酸溶硅的含量,以镨钕氧化物、金属钐、金属铽为实验样品,实验了共存元素的干扰、称样量、溶样用酸、检出限等影响因素,并通过精密度、回收率数据的验证,确定了测定条件。测定范围 0.010%~0.20%,精密度 RSD 小于 10%,回收率在 92%~105%之间。此方法具有分析速度快、准确性好等优点。

参考文献:

[1] 全国稀土标准化技术委员会. GB/T 16477. 4-2010. 稀土硅铁合金及镁硅铁合金化学分析方法第 4 部分:硅量的测定[S]. 北京:中国标准出版社,2011.

National Rare Earth Standardization Technical Committee. GB/T 16477. 4-2010. Chemical Analysis Methods of Rare Earth Ferrosilicon Alloy and Rare Earth Ferrosilicon Magnesium Alloy-Part 4:Determination of Silicon Content [S]. Beijing:Standards Press of China,2011.

[2] 全国稀土标准化技术委员会. GB/T18114. 6-2010. 稀土精矿化学分析方法 第 6 部分:二氧化硅量的测定[S]. 北京:中国标准出版社,2011.

National Rare Earth Standardization Technical Commit-

tee. GB/T 18114. 6-2010. Chemical Analysis Methods of Rare Earth Concentrates-Part 6:Determination of Silicon Oxide Content [S]. Beijing:Standards Press of China, 2011.

[3] 全国稀土标准化技术委员会. GB/T 12690. 7-2003. 稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法 硅量的测定 钼蓝分光光度法[S]. 北京:中国标准出版社, 2004.

National Rare Earth Standardization Technical Committee. GB/T12690. 7-2003. Chemical Analysis Methods for Non-Rare Earth Impurities of Rare Earth Metals and Their Oxides Determination of Silicon Content Molybdenum Blue Spectrophotometric Method [S]. Beijing:Standards Press of China,2004.

[4] 全国稀土标准化技术委员会. GB/T 26416. 3-2010. 钕铁合金化学分析方法 第 3 部分 钙、镁、铝、硅、镍、钼、钨量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法[S]. 北京:中国标准出版社,2011.

National Rare Earth Standardization Technical Committee. GB/T 26416. 3-2010. Chemical Analysis Methods of Dysprosium Ferroalloy-Part 3:Determination of Calcium, Magnesium, Aluminum, Silicon, Nickel, Molybdenum, and Tungsten Contents-Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry[S]. Beijing:Standards Press of China,2011.

[5] 全国有色金属标准化技术委员会. XB/T 614. 6-2011. 钆镁合金化学分析方法 第六部分:铝、钙、铜、铁、镍、硅量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法[S]. 北京:中国标准出版社,2012.

National Non Ferrous Metal Standardization Technical Committee. XB/T 614. 6-2011. Chemical Analysis Methods of Gadolinium-magnesium alloy-Part 6:Determination of Aluminum, Calcium, Copper, Iron, Nickel and Silicon Contents-Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry[S]. Beijing:Standards Press of China, 2012.

[6] 全国稀土标准化技术委员会. GB/T 29916-2013. 镧镁合金化学分析方法[S]. 北京:中国标准出版社,2014.

National Rare Earth Standardization Technical Committee. GB/T 29916-2013. Chemical Analysis Methods for

- Lanthnum-magnesium Alloy[S]. Beijing:Standards Press of China,2014.
- [7] 全国稀土标准化技术委员会. GB/T 29656-2013. 镨钕合金化学分析方法[S]. 北京:中国标准出版社,2014.
- National Rare Earth Standardization Technical Committee. GB/T 29656-2013. Chemical Analysis Methods for Praseodymium Neodymium Dysprosium Alloy[S]. Beijing:Standards Press of China,2014.
- [8] 全国有色金属标准化技术委员会. XB/T 617. 3-2014. 钕铁硼合金化学分析方法 第 3 部分 硼、铝、铜、钴、镁、硅、钙、钒、铬、锰、镍、锌和镓量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法[S]. 北京:中国标准出版社,2015.
- National Non Ferrous Metal Standardization Technical Committee. XB/T 617. 3-2014. Chemical Analysis Methods of Neodymium Iron Boron Alloy-Part 3:Determination of Boron, Aluminum, Copper, Cobalt, Magnesium, Silicon, Calcium, Vanadium, Chromium, Manganese, Nickel, Zinc and Gallium Contents-Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry[S]. Beijing:Standards Press of China,2015.
- [9] 于亚辉,张翼明,王东杰,金文莉. 硅钼蓝分光光度法测定镁钕合金中硅[J]. 冶金分析,2016,36(5):49-52.
- Yu Y H, Zhang Y M, Wang D J, Jin W L. Determination of silicon in magnesium-neodymium alloy by silicon molybdenum blue spectrophotometry[J]. Metallurgical Analysis,2016, 36 (5): 49-52.
- [10] 刘晓杰,崔爱端. IRIS (CID)-ICP-AES 法测定金属钕中硅[J]. 稀土,2001,22(6):49-51.
- Liu X J, Cui A D. Determination of Si in Nd by ICP-AES[J]. Chinese Rare Earths,2001,22(6):49-51.
- [11] 崔爱端,张秀燕. ICP-AES 法测定镨钕氧化物及镨钕金属中的 镧、铈、钆、铈、铝和硅量[J]. 稀土,2006,27(4):75-77.
- Cui A D, Zhang X Y. ICP-AES detecting method for La, Ce, Sm, Y, Al and Si in Pr-Nd oxide and metal[J]. Chinese Rare Earths, 2006, 27 (4):75-77.
- [12] 谢文博,李刚,杨峥,张佩佩,叶晓英. 电感耦合等离子体发射光谱法测定高纯铝中硅[J]. 化学分析计
- 量),2020, 29 (3):30-33.
- Xie W B, Li G, Yang Z, Zhang P P, Ye X Y. Determination of silicon in high purity aluminum by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry [J]. Chemical Analysis and Meterag,2020,29 (3):30-33.
- [13] 王丹,马洪波. 电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法测定 NiCrAlYSi 合金中铝、硅、铁、钴、钛[J]. 中国无机分析化学,2018, 8 (3):45-49.
- Wang D, Ma H B. Determination of aluminum, silicon, iron, cobalt, and titanium in NiCrAlYSi alloy by inductively coupled plasma aatomic emission spectrometry [J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2018, 8 (3):45-49.
- [14] 孙洪涛,王志萍,白英丽,王佳丽,莫蓉. 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定铍中 11 种杂质元素[J]. 冶金分析,2020,40(1):56-62.
- Sun H T, Wang Z P, Bai Y L, Wang J L, Mo R. Determination of eleven impurity elements in beryllium by inductively coupled plasma aatomic emission spectrometry [J]. Metallurgical Analysis,2020, 40 (1):56-62.
- [15] 罗海霞. 电感耦合等离子体发射光谱(ICP-OES)法测定不锈钢中的硅、锰、磷、铬、镍、钼、铜[J]. 中国无机分析化学,2019,9(2):58-60,64.
- Luo H X. Determination of silicon, manganese, phosphorus, chromium, nickel, molybdenum and copper in stainless steel by ICP-OES[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2019,9(2):58-60,64.
- [16] 韩超,孙国娟,孙海霞. 电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法测定铝合金中高含量硅[J]. 中国无机分析化学,2019,9(3):48-50.
- Han C, Sun G J, Sun H X. Determination of high-content silicon in aluminium alloy by ICP-AES[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry,2019,9(3):48-50.
- [17] 陈涛,高玲,赵绥,王磊,许涯平. 光电发射光谱法测定钛合金中硅含量[J]. 云南冶金,2018,47(6):78-80.
- Chen T, Gao L, Zhao S, Wang L, Xu Y P. Determination on silicon content in titanium alloy by photoelectric emission spetrometry [J]. Yunnan Metallurgy, 2018, 47

(6):78-80.

[18] 黄仁彬. X-射线荧光光谱法测定含钒生铁中的硅、锰、磷、钒、钛[J]. 四川冶金,2020,42(2):55-58.
Huang Y B. Determination of Si, Mn, P, V and Ti in V-bearing pig iron by X-ray fluorescenc Spectrometry [J]. Sichuan Metallurgy, 2020,42(2):55-58.

[19] 刘伟,曹吉祥,张瑜. 熔融制样-X 射线荧光光谱法测定钨铁合金中硅锰磷铜钨[J]. 冶金分析,2019,39(2):46-50.
Liu W, Cao J X, Zhang Y. Determination of silicon, manganese, phosphorus, copper, tungsten in ferrotungsten alloy by X-ray fluorescence spectrometry with fusion sample preparation[J]. Metallurgical Analysis, 2019,39(2):46-50.

Determination of Silicon in Rare Earth Metals and Their Oxides by Inductively Coupled Plasma Emission Spectrometry

DU Mei^{1,2}, WANG Dong-jie^{1,2}, YANG Xue-zheng^{1,2}, LIU Xiao-jie^{1,2*}

(1. State Key Laboratory of Baiyunnobo Rare Earth Resource Researches and Comprehensive Utilization, Baotou Research Institute of Rare Earths, Baotou 014030, China;
2. National Engineering Research Center of Rare Earth Metallurgy and Functional Materials, Baotou 014030, China)

Abstract: The experimental conditions for the determination of acid-soluble silicon in rare earth metals and their oxides by inductively coupled plasma emission spectrometry were studied and a determination method was established. The determination range of silica is 0. 010% to 0. 20%. The sample was dissolved in nitric acid. The matrix matching method was used to make the working curve. According to the detection limit(0. 5 μg/mL) and determination limit(0. 010%) of silica in the method, the matrix concentration of the determination liquid was determined to be 5 mg/mL, and the weighing mass of the sample was determined. The analytical lines of silicon were different for different rare earth samples, four analytical lines (251. 61 nm, 250. 690 nm, 212. 412 nm and 288. 158 nm) were selected. Disturbance variable of coexistence rare earth elements and non-rare earth elements on the selected analytical lines was less than 10%, could be ignored. The determination results were consistent with those of spectrophotometry. The standard recovery was between 92% ~ 105% and the relative standard deviation (RSD, n=11) was less than 10%.

Key words: 15 rare earth elements; silicon; ICP-AES; matrix matching method