

# 干扰系数校正-电感耦合等离子体原子 发射光谱法测定镍基合金中铈

张亮亮<sup>1</sup>, 吴锐红<sup>1</sup>, 聂海明<sup>1</sup>, 张方<sup>1</sup>, 李晓丽<sup>2</sup>

(1. 中航金属材料理化检测科技有限公司, 陕西西安 710018; 2. 赛默飞世尔科技(中国)有限公司, 北京 100102)

**摘要:**在测定镍基合金中 Ce 时, 考虑到 Ce 的常规分析线在多款仪器中均未找到或分析时不可用, 因而很有必要找出相对强度高、干扰程度小的其他可用分析线。实验选用 5~10 mL 盐酸和 1 mL 硝酸溶解镍基合金, 采用电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)和干扰系数法(IEC)相结合的方式, 建立了镍基合金中 Ce 的分析方法。实验预先采用 Ce 标准溶液系列对从 Ce 谱线序列中所摘选出的 20 多条谱线进行一系列相关分析, 初步筛选出了 6 条谱线, 并进一步研究了选择这 6 条谱线时酸的影响与共存元素的干扰行为。经干扰结果分析, 可选取 Ce 404.076 nm、Ce 413.765 nm 和 Ce 456.236 nm 作为测定镍基合金中 Ce 的分析线, 其中, Ce 404.076 nm 主要受 Co 干扰, 受 V 和 Mn 干扰较小; Ce 413.765 nm 受 W 和 Nb 干扰严重, 受 Co、Ti 和 V 干扰较小; Ce 456.236 nm 受 Ti 干扰严重, Zr、Nb 干扰次之, 受 Co、Mn 干扰较小。但由于镍基合金中 V、Mn、Zr 常为杂质掺入, 为了有效简化运算过程, 在执行干扰校正时, 各谱线主要是校正或消除 Co(404.076 nm)、W 和 Nb(413.765 nm)、Ti 和 Co(456.236 nm)的干扰。通过对镍基合金 GH4099 和 GH4133B 进行分析, 经 IEC 校正后其测定结果与认定值相一致, 结果的相对标准偏差(RSD,  $n=6$ )小于 8.0%。

**关键词:**电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES); 干扰系数法(IEC); 镍基合金; 铈; 光谱干扰校正

中图分类号: O657.31; TF125.2<sup>+12</sup>

文献标志码: A

文章编号: 1000-7571(2021)04-0073-08

Ce 是钢的良好脱氧脱硫剂, 能改变钢中夹杂物的形态与分布, 优化钢的质量、提高钢的性能<sup>[1]</sup>。现阶段测定钢及合金中 Ce 的方法主要有电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)<sup>[1-2]</sup>、分光光度法<sup>[3]</sup>、原子吸收光谱法<sup>[4]</sup>和电感耦合等离子体质谱法<sup>[5]</sup>。ICP-AES 以其灵敏度高、检出限低、线性范围宽和可同时测定多种元素等优点<sup>[6-8]</sup>, 已成为合金材料中成分分析的主要手段之一。

由于 Ce 的分析谱线 Ce 413.380 nm 和 Ce 418.660 nm 相对强度高、干扰少<sup>[1, 9]</sup>, 常作为 ICP-AES 测定钢及合金中 Ce 的分析线, 但这两条谱线在多款仪器中均未找到或分析时不可用, 这也说明这两条谱线的特殊性, 即可参考性较差, 所以很有必要从 Ce 的特征谱线序列中重新找出其他可用分析线, 同时还应校正或消除溶液中共存元素对 Ce 的光谱干扰, 而光谱干扰多为结构干扰, 相比背景干扰更加复杂, 常用的校正方法主要有多元光谱拟合

(MSF)<sup>[10-11]</sup>和干扰系数法(IEC)<sup>[12-14]</sup>。经分析, 采用 IEC 校正光谱干扰最为简单、有效, 它的原理是基于任何表观光谱信号都是由许多具有一定轮廓的谱线和连续变化的背景叠加而成, 由于 ICP-AES 中光谱干扰具有“加和性”, 光谱干扰的校正实际上是这些叠加谱线的复原分解, IEC 是通过获取已知浓度的共存元素与目标元素的光谱强度, 用数学模型表征光谱特征, 并以数学运算完成这些叠加谱线的复原分解过程, 从而实现干扰的校正。实验以高温合金中占比高达 40% 的镍基合金为例, 来探究 Ce 谱线列表中其他可用分析线及 IEC 应用于光谱干扰的校正情况。

## 1 实验部分

### 1.1 试剂

Ce、Fe、Cr、Ni、Co、Al、Ti、Mo、W、V、Nb、Cu、Mn、B、Zr、As、P 标准储备溶液(国家钢铁材料测试中心, 钢铁研究总院): 1 000 mg/L; Si、Sn 标准储备

收稿日期: 2020-06-11

作者简介: 张亮亮(1986—), 男, 工程师, 硕士, 研究方向为等离子体化学及光谱分析; E-mail: consery@sina.com

溶液(国家钢铁材料测试中心, 钢铁研究总院): 500 mg/L; Ce 标准工作溶液: 1.00 mg/L, 由 Ce 标准储备溶液逐级稀释而成; Ce 标准溶液系列的配制: 分别移取 0、2.00、6.00、10.0、14.0、20.0 mL 1.00 mg/L Ce 标准工作溶液于 100 mL 容量瓶中, 用水定容至标线, 摇匀, 制得 Ce 质量浓度依次为 0、

0.020、0.060、0.10、0.14、0.20 mg/L Ce 标准溶液系列; 干扰元素溶液: 分别将 1 000 mg/L Fe、Co、Ti、Mo、W、V、Nb、Mn 和 Zr 标准储备液逐级稀释至 100 mg/L 单元素标准工作溶液; 盐酸、硝酸、柠檬酸均为优级纯, 酒石酸为分析纯, 实验用水为去超纯水。实验用镍基合金标准样品及主要成分见表 1。

表 1 镍基合金标准样品中各元素含量  
Table 1 Content of each element in nickel-base alloy CRMs

编号 No.	牌号 Grade	Ce	Fe	Cr	Co	Al	Ti	W	Nb	Mo	Mn	$w/\%$
H14	GH49	0.002 3	0.48	9.60	18.87	3.56	1.83	5.82		5.45	0.032	
H17	H37	0.006 3	<0.3	14.04	4.65	1.98	1.91	5.93		3.01	0.44	
H20	H33	0.001 3	0.10	20.44		0.83	2.51				0.26	
H111	GH33A	0.003 5	1.30	20.30		1.09	4.89		1.52		0.34	
H133	K3	0.015	0.20	10.93	5.42		2.72	4.91				
H137	GH49	0.005 5	0.52	10.10	15.15	3.41	1.50	5.60		5.33	0.041	
H163	H128	0.018 8	1.29	20.66		0.64	0.66	8.27		8.40	0.64	
H215	H128	0.007	1.94	20.10		0.34	3.61	8.15		8.09	0.28	
H255		0.001	7.60	21.0		0.26		0.06	3.48	8.06	0.08	

## 1.2 仪器及工作条件

iCAP 7400 Radial 电感耦合等离子体原子发射光谱仪(美国 ThermoFisher 公司)。射频功率: 1 125 W; 积分时间: 短波 15 s, 长波 5 s; 泵速: 50 r/min; 辅助气流量: 0.5 L/min; 冷却气流量: 13 L/min; 雾化气流量: 0.95 L/min; 垂直观测高度: 13 mm; 样品提升率: 1.5 mL/min; 谱峰计算方式: 面积分; 分析线: Ce 404.076 nm、Ce 413.765 nm、Ce 456.236 nm; 载气为液氩。

## 1.3 实验方法

称取 0.100 g(精确至 0.000 1 g)样品于 100 mL 锥形瓶中, 加入 5 mL 盐酸、1 mL 硝酸(若样品中 W 质量分数大于 5%, 盐酸可增至 10 mL), 然后将锥形瓶放置于 110~120 °C 低温炉上溶解样品, 待样品溶解完全后, 再向锥形瓶中加入 40 mL 水溶解盐类, 持续加热一段时间后取下锥形瓶, 继续向瓶中加入 10 mL 0.10 g/mL 柠檬酸或酒石酸并最终定容至 100 mL, 摇匀后用中速定性滤纸过滤以除去溶液中的碳化物和 W、Ta 等难溶沉淀。仪器预热 30 min 后, 按优化后的设定参数值执行分析。

## 2 结果与讨论

### 2.1 溶样酸的选择

不同性质的酸其溶液的黏度、密度、表面张力等

物理性质不同, 从而影响离子质点的运动速率和分布、样品提升量以及气溶胶颗粒大小等, 这也将导致谱线强度的变化<sup>[15]</sup>。硫酸和磷酸的分子质点和溶液间张力大, 会降低雾化效率和检测灵敏度。虽然氢氟酸对含 W、Mo、Ta 的样品溶解时有优势, 但分析前不仅要加入饱和硼酸络合<sup>[16]</sup>, 且要配备成本昂贵的聚四氟乙烯型雾化系统, 再者氢氟酸会腐蚀仪器的进样系统。所以在 ICP-AES 方法中尽量避免使用硫酸、磷酸和氢氟酸。

本次实验采用盐酸和硝酸作为溶解用酸, 按不同浓度比分别对多种镍基合金进行溶解。溶样结果表明: 采用 5 mL 盐酸和 1 mL 硝酸可溶解大多数的镍基合金; 但若样品中 W 质量分数大于 5%, 溶样时要提升盐硝酸体系的腐蚀性, 可采用 10 mL 盐酸和 1 mL 硝酸溶解样品(溶液中的少许黄色沉淀, 光谱分析后是 W 且不含 Ce, 即不影响 Ce 的测定)。

### 2.2 谱线选取与干扰试验

依据相关资料与文献中的可用谱线、仪器推荐谱线以及测试软件相对强度较高的谱线, 筛选出了 20 多条铈的可用分析线, 再采用 Ce 标准溶液系列对这些谱线进行初步的测试分析, 包括所测得数据的精密度和长期稳定性、光谱强度与峰型特征以及标准数据点的线性拟合结果, 初步筛选出了铈的 6 条谱线, 分别是 Ce 380.152 nm、Ce 401.239 nm、Ce

404.076 nm、Ce 413.765 nm、Ce 456.236 nm、Ce 535.353 nm。为了明确以上谱线在测定镍基合金中 Ce 时的可用性和有效性,在 Ce 标准溶液系列建立的校准曲线条件下,对这 6 条谱线的干扰情况进行分析。

### 2.2.1 酸的影响

为了明确不同类的酸对 Ce 测定结果的影响,现将 0.10 mg/L Ce 标准溶液分别加入以下介质溶液中,充分摇匀后测试其混合溶液,将测定结果与

Ce 标液质量浓度的比值记为酸的相对干扰值,结果见表 2,若该值在 0.90~1.10 间则视为无干扰。由表 2 可知,在 Ce 404.076 nm、Ce 413.765 nm 和 Ce 456.236 nm 处,不同类的酸基本无干扰;但在 Ce 380.152 nm、Ce 401.239 nm 和 Ce 535.353 nm 处,各类酸均有不同程度的干扰,尤其在 Ce 380.152 nm 处,有机酸的干扰十分严重,经分析是由于有机酸溶液受激发在该处也产生了发射光谱。

表 2 不同 Ce 谱线时酸的相对干扰值

Table 2 Relative interference value of acids at different Ce spectral line

介质 Medium	Ce 380.152 nm	Ce 401.239 nm	Ce 404.076 nm	Ce 413.765 nm	Ce 456.236 nm	Ce 535.353 nm
纯水	1.02	0.97	0.98	0.97	1.01	1.02
5%盐酸	1.05	1.10	1.07	0.97	1.05	1.05
10%盐酸	1.11	1.23	1.08	0.92	1.07	1.07
1%硝酸	1.02	1.11	1.03	0.99	1.04	1.08
5%硝酸	1.05	1.17	1.05	0.95	1.11	1.16
100 g/L 柠檬酸	2.27	1.41	1.03	0.89	1.03	1.24
100 g/L 酒石酸	2.01	1.36	1.04	0.91	1.02	1.17

注:表中盐酸和硝酸为体积分数。

### 2.2.2 共存元素的干扰

为了明确镍基合金中可能存在的共存元素对 Ce 测定结果的影响,现对 Fe、Cr、Ni、Co、Al、Ti、Mo、W、V、Nb、Cu、Mn、Si、B、Zr、Sn、As 和 P 这 18 个共存元素的标准储备溶液(Si 和 Sn 标准溶液的质量浓度为 500 mg/L,其他共存元素溶液的质量浓

度均为 1 000 mg/L)依次进行测定,然后查看所测得的各共存元素谱图,并选择合适的背景点扣除背景,软件默认为双侧扣背景,若共存元素某一侧的背景强度较大时,可通过移动扣背景位置或/和单侧扣背景以实现背景校正,共存元素在 Ce 各分析谱线处的干扰情况见表 3。

表 3 单元素纯溶液在 Ce 分析线处的干扰情况

Table 3 Interference of single element pure solution at Ce analysis lines

元素 Element	Ce 380.152 nm	Ce 401.239 nm	Ce 404.076 nm	Ce 413.765 nm	Ce 456.236 nm	Ce 535.353 nm
Fe	无	无	严重	无	无	极其严重(负)
Cr	严重	极其严重	无	无	无	有干扰
Ni	无	无	无	无	无	严重
Co	无	严重	极其严重	有干扰	严重(负)	极其严重
Al	无	无	无	无	无	无
Ti	极其严重	极其严重	无	严重	极其严重	极其严重
Mo	无	无	严重	无	无	无
W	极其严重	严重	无	极其严重	无	极其严重
V	无	无	严重(负)	严重(负)	无	极其严重
Nb	严重	极其严重	有干扰	极其严重	严重	极其严重
Cu	无	无	无	无	无	无
Mn	有干扰(负)	无	严重	无	有干扰(负)	无
Si	无	无	无	无	无	无
B	无	无	无	无	无	无
Zr	严重	极其严重	无	无	极其严重	有干扰(负)
Sn	无	无	无	无	无	无
As	无	无	无	无	无	无
P	无	无	无	无	无	无

表 3 中各共存元素标准溶液在 Ce 分析线下的测定结果,记为共存元素的干扰贡献浓度。若干扰贡献浓度小于 0.001%,则视为无干扰;若在 0.001%~0.010%之间,则有干扰;若在 0.010%~0.050%之间,则干扰严重;若大于 0.050%,则干扰极其严重。

由表 3 可以看出:(1)Al、Cu、Si、B、Sn、As 和 P 在 Ce 的 6 条谱线上均无干扰,而其他元素在 Ce 分析线上的干扰情况各异;(2)Ce 的 6 条分析线中,Ce 535.353 nm 处的干扰情况最复杂、干扰程度最严重,该谱线不予选取;Ce 380.152 nm 和 Ce 401.239 nm 受 Ti 干扰尤为突出,且实验测试结果表明这两条谱线处的干扰贡献浓度均高于 10%,考虑到镍基合金中 Ti 常为主量元素,因而测试时 Ti 的谱峰会完全掩盖掉 Ce 的谱峰,使测试结果失真,该谱线不予选取;Ce 404.076 nm、Ce 413.765 nm 和 Ce 456.236 nm 的干扰情况相对比较简单、受干扰程度较小,再结合表 2 的分析结果,可将这 3 条谱线作为测定镍基合金中 Ce 的分析线。

### 2.3 光谱干扰的校正方法

从以上分析可知,酸和共存元素对 Ce 的测定

均存在不同程度的影响。其中,酸的影响属物理干扰,可通过统一加酸量予以消除;而共存元素所产生的光谱干扰多为结构干扰,相比背景干扰更加复杂。实验采用 IEC 执行干扰校正,见公式(1)。

$$I_c = I_A - \sum_i C_i k_i' k \quad (1)$$

式中: $I_c$  为真实强度; $I_A$  为表观强度; $C_i$  为干扰元素含量( $w/\%$ ); $k_i'$  为干扰因子; $k$  为 Ce 校准曲线的斜率(不同分析线  $k$  值不同); $i$  为干扰元素。

从表 3 可以看出,在 Ce 404.076 nm、Ce 413.765 nm 和 Ce 456.236 nm 处,对 Ce 测定结果存在干扰的元素有 Fe、Co、Ti、Mo、W、V、Nb、Mn 和 Zr。为了更加有效地执行干扰校正,在 Ce 标准溶液系列建立的校准曲线下,对 100 mg/L Fe、Co、Ti、Mo、W、V、Nb、Mn 和 Zr 单元素标准溶液依次测定,经有效的背景校正后,其共存元素的干扰贡献浓度见表 4。实验结果表明:Ce 404.076 nm 主要受 Co 干扰,受 V 和 Mn 干扰较小;Ce 413.765 nm 受 W 和 Nb 干扰严重,受 Co、Ti 和 V 干扰较小;Ce 456.236 nm 受 Ti 干扰严重,Zr、Nb 干扰次之,受 Co、Mn 干扰较小。

表 4 单元素纯溶液在 Ce 分析线处的干扰贡献浓度

Table 4 Interference contribution concentration of single element pure solution at Ce analysis lines

$w/\%$

元素 Element	Ce 404.076 nm	Ce 413.765 nm	Ce 456.236 nm
Fe	0.000 2	0.000 1	-0.000 1
Co	0.007 4	0.001 4	-0.001 7
Ti	-0.000 4	0.003 5	0.013 3
Mo	-0.000 1	0.000 2	0.000 1
W	0.000 2	0.052 3	0.000 5
V	-0.002 4	-0.003 4	-0.000 3
Nb	0.000 3	0.018 5	0.002 8
Mn	0.002 5	0.000 7	-0.001 0
Zr	0.000 2	0.000 1	0.005 5

现建立 IEC 实施干扰校正,其中,干扰因子  $k_1$  为 10 倍干扰贡献浓度与共存元素真实浓度(此处均

为 100 mg/L)的比值,由此可得出各共存元素的  $k_1$  值,结果见表 5。

表 5 单元素纯溶液在 Ce 分析线处的干扰因子  $k_1$  值

Table 5 The  $k_1$  values of single element pure solution at Ce analysis lines

元素 Element	Ce 404.076 nm	Ce 413.765 nm	Ce 456.236 nm
Fe	0.000 02	0.000 01	-0.000 01
Co	0.000 74	0.000 14	-0.000 17
Ti	-0.000 04	0.000 35	0.001 33
Mo	-0.000 01	0.000 02	0.000 01
W	0.000 02	0.005 23	0.000 05
V	-0.000 24	-0.000 34	-0.000 03
Nb	0.000 03	0.001 85	0.000 28
Mn	0.000 25	0.000 07	-0.000 1
Zr	0.000 02	0.000 01	0.000 55

## 2.4 校正实施

采用 ICP-AES 测定镍基合金中 Ce 时,为了考察 IEC 在校正光谱干扰时的有效性,选用表 1 中镍基标准样品,并结合表 3~5 中各共存元素的干扰程度和干扰因子,以实施干扰校正。

### 2.4.1 选用 Ce 404.076 nm 为分析线

在 Ce 404.076 nm 处,校准曲线线性拟合结果表明:实验数据点分散、线性相关系数( $r=0.9636$ )极差。经查表 5 可知,在 Ce 404.076 nm 处存在 Co、V、Mn 的干扰,而 Mn 在 Ce 404.130 nm 附近存在极大强度的发射光谱,扣背景时要将右背景左移至无干扰处以消除 Mn 对 Ce 的背景干扰。表 1 中 V 和 Mn 都小于 1%,在执行干扰校正时可忽略,因此仅考虑 Co 的干扰。应用公式(1)时, $k=1.11 \times 10^5$  Cts/s,公式校正后再拟合,结果见图 1。可以看出,校正了 Co 对 Ce 的干扰后,校准曲线的线性相关系数  $r=0.9988$ ,线性关系得到显著改善。因此,若选用 Ce 404.076 nm 为分析线,必须要校正 Co 的干扰,同时测试样品执行双侧扣背景。

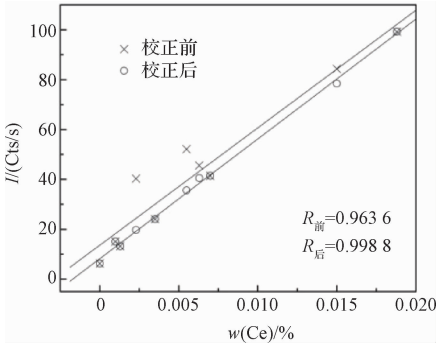


图 1 在 Ce 404.076 nm 处校正 Co 干扰前后 Ce 的校准曲线  
Fig. 1 Calibration curve of Ce before and after correction of Co interference at Ce 404.076 nm

### 2.4.2 选用 Ce 456.236 nm 为分析线

在 Ce 456.236 nm 处,校准曲线线性拟合结果表明:实验数据点分散、线性相关系数极差( $r=0.9801$ )。经查表 5 可知,在 Ce 456.236 nm 处存在 Ti、Zr、Nb、Co、Mn 的干扰,而 Ti 在 Ce 456.210 nm 附近存在极大强度的发射光谱,扣背景时应执行右侧扣背景以消除 Ti 对 Ce 的背景干扰。另外,表 1 中 Zr 和 Mn 都小于 1%,且 Nb 的最大贡献浓度为  $0.00028 \times 3.48\% = 0.00097\% < 0.001\%$ ,为了有效简化校正运算,在执行干扰校正时均可忽略,因此仅考虑 Ti 和 Co 的干扰。应用公式(1)时, $k=4.44 \times 10^5$  Cts/s,公式校正后再拟合,结果见图

2。若仅校正干扰最为严重的 Ti 后, $r=0.9912$ ,线性关系得到较大改善;Ti 和 Co 共同校正后, $r=0.9972$ ,校正结果更优。因此,若选用 Ce 456.236 nm 为分析线,必须要校正 Ti 的干扰,若样品中 Co 量高于 10%,也应校正 Co 的干扰,同时测试样品执行右侧扣背景。

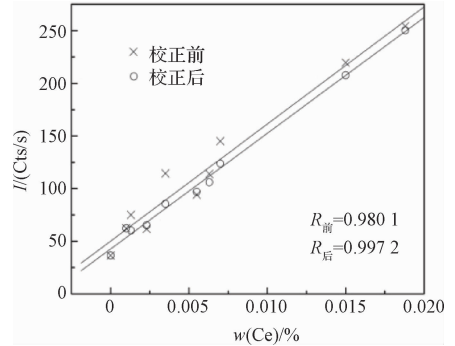


图 2 在 Ce 456.236 nm 处校正 Ti 和 Co 干扰前后 Ce 的校准曲线

Fig. 2 Calibration curve of Ce before and after correction the interference of Ti and Co at Ce 456.236 nm

### 2.4.3 选用 Ce 413.765 nm 为分析线

在 Ce 413.765 nm 处,线性拟合结果表明:实验数据点分散、线性相关系数极差( $r=0.9496$ )。经查表 5 可知,在 413.765 nm 处存在 W、Nb、V、Ti、Co 的干扰,而 Ti 在 Ce 413.730 nm 附近存在较大强度的发射光谱,扣背景时应执行右侧扣背景以消除 Ti 对 Ce 的背景干扰;Nb 在 Ce 413.710 nm 附近存在极大强度的发射光谱,扣背景时将左背景右移基本上可消除 Nb 对 Ce 的背景干扰。在执行干扰校正时,除 V 小于 1%可忽略不计外,W、Nb、Ti 和 Co 均应进行校正运算。应用公式(1)时, $k=1.50 \times 10^5$  Cts/s,公式校正后再拟合,结果见图 3。

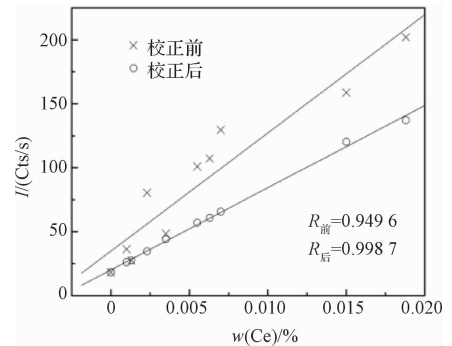


图 3 在 Ce 413.765 nm 处校正 W 和 Nb 干扰前后 Ce 的校准曲线

Fig. 3 Calibration curve of Ce before and after correction the interference of W and Nb at Ce 413.765 nm

若仅校正干扰最为严重的 W 后,  $r=0.9955$ , 线性关系得到极大改善, 明显偏离拟合线的 1 个点是 Nb 含量较高的 H255; W 和 Nb 主干扰元素共同校正后,  $r=0.9987$ , 校正结果更优; 若 W、Nb、Ti 和 Co 共同校正后,  $r=0.9990$ , 系数变化不大。由此可知, 尽管镍基合金中 Ti 和 Co 是主量元素, 但两元素的干扰因子较小, 与主量元素 W 和 Nb 的干扰因子更是相差数量级, 所以为了有效简化运算过程, 在执行干扰校正时仅考虑 W 和 Nb 的干扰。因此, 若 Ce 413.765 nm 为分析线, 必须要校正 W 和 Nb

的干扰, 同时测试样品执行右侧扣背景。

### 3 样品分析

为了进一步说明采用 IEC 执行干扰校正的有效性, 现以镍基合金 GH4099 和 GH4133B 为例进行验证。选取 Ce 404.076 nm 和 Ce 456.236 nm 为分析线, 并按上述标样绘制的校准曲线测定 GH4099 和 GH4133B 中 Ce, 平行测定 6 次, 校正后结果见表 6。由表 6 可知, 测定结果与认定值相一致, 说明采用 IEC 执行干扰校正是十分有效的。

表 6 镍基合金 GH4099 和 GH4133B 中 Ce 的测定结果

Table 6 Determination results of Ce in nickel-base alloy of GH4099 and GH4133B

牌号 Grade	分析线 Analysis line/nm	测定值 Found $w/\%$	相对标准偏差 RSD( $n=6$ )/%	认定值 Certified $w/\%$	备注 Note
GH4099	404.076	0.013 2	3.4	0.014 1	Co 干扰
	456.236	0.014 4	1.7		Ti, Co 干扰
GH4133B	404.076	0.003 3	7.6	0.003 8	无干扰
	456.236	0.003 2	4.7		Ti 干扰

### 参考文献:

[1] 陆军, 张艳, 孟平. 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定铸铁中镧和铈[J]. 冶金分析, 2007, 27(5): 72-74.  
LU Jun, ZHANG Yan, MENG Ping. Determination of lanthanum and cerium in cast iron by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry[J]. Metallurgical Analysis, 2007, 27(5): 72-74.

[2] 聂小明, 何小虎, 胡永玫, 等. 电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法测定轴承用铜钢复合双金属板中的镧、铈[J]. 中国无机分析化学, 2018, 8(6): 55-57.  
NIE Xiaoming, HE Xiaohu, HU Yongmei, et al. Determination of lanthanum, cerium in copper-steel clad plates for bearings by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry [J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2018, 8(6): 55-57.

[3] 杨安香, 陈贤红, 方南辉. 高温合金中微量铈的快速测定[J]. 江西冶金, 2003, 23(1): 32-34.  
YANG Anxiang, CHEN Xianhong, FANG Nanhui. Fast determination of trace cerium in high-temperature alloys [J]. Jiangxi Metallurgy, 2003, 23(1): 32-34.

[4] 毛善成. 原子吸收光谱法测定钢中铈[J]. 冶金分析, 2002, 22(6): 32-33.  
MAO Shancheng. Determination of Ce in steel by AAS [J]. Metallurgical Analysis, 2002, 22(6): 32-33.

[5] 韩美, 杨国武, 齐荣, 等. 电感耦合等离子体质谱法测定

镍钨合金中铈[J]. 冶金分析, 2015, 35(11): 34-37.  
HAN Mei, YANG Guowu, QI Rong, et al. Determination of cerium in nickel-tungsten alloy by inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. Metallurgical Analysis, 2015, 35(11): 34-37.

[6] 周西林, 王娇娜, 刘迪, 等. 电感耦合等离子体原子发射光谱法在金属材料分析应用技术方面的进展[J]. 冶金分析, 2017, 37(1): 41-42.  
ZHOU Xilin, WANG Jiaona, LIU Di, et al. Progress in application of inductively coupled plasma atomic emission spectrometry in analysis of metal materials [J]. Metallurgical Analysis, 2017, 37(1): 41-42.

[7] 杨倩倩, 何森, 彭霞. 电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法测定高温合金中 5 种非金属元素[J]. 中国无机分析化学, 2015, 5(4): 53-55.  
YANG Qianqian, HE Miao, PENG Xia. Determination of five nonmetallic elements in high temperature alloy by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry [J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2015, 5(4): 53-55.

[8] 李帆, 杨春晟, 丁妍, 等. 称量定容-ICP-AES 法测定纯铁中痕量铝、铬、铜、锰、镍和硅[J]. 分析实验室, 2019, 38(5): 542-547.  
LI Fan, YANG Chunsheng, DING Yan, et al. Determination of trace Al, Cr, Cu, Mn, Ni, Si in pure iron by ICP-AES with mass dilution method [J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory, 2019, 38(5): 542-547.

- [9] 李帆,叶晓英,赵海楠,等. 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定高温合金化学元素成分[M]. 北京:机械工业出版社,2015:101-125.
- [10] 易可慧,邓飞跃,汪李,等. 多元光谱拟合-电感耦合等离子体原子发射光谱法测定钢铁中的磷[J]. 中国无机分析化学,2013,3(1):57-60.  
YI Kehui, DENG Feiyue, WANG Li, et al. Determination of phosphorus in steel by multicomponent spectral fitting-inductively coupled plasma atomic emission spectrometry[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2013, 3(1): 57-60.
- [11] 张亮亮,雷亚宁,赵娟红. 多元谱线拟合技术在电感耦合等离子体原子发射光谱法测定镍基高温合金GH4720Li中硼的应用[J]. 冶金分析,2017,37(11):22-28.  
ZHANG Liangliang, LEI Yaning, ZHAO Juanhong. Application of multi-component fitting technique for determination of boron in nickel-based superalloy GH4720Li by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry [J]. Metallurgical Analysis, 2017, 37(11): 22-28.
- [12] 严倩琳. 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定钼铁中硅、铜、磷、砷、铅、锡和铈元素[J]. 铁合金,2017,48(8):44-48.  
YAN Qianlin. Determination of seven impurity elements in ferromolybdenum by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry [J]. Ferro-alloys, 2017, 48(8): 44-48.
- [13] 荚江霞,陆军,陆尹. 微波消解-电感耦合等离子体原子发射光谱法测定镍铁合金中7种元素[J]. 冶金分析,2016,36(5):58-63.  
JIA Jiangxia, LU Jun, LU Yin. Determination of seven elements in nickel-iron alloy by microwave digestion-inductively coupled plasma atomic emission spectrometry [J]. Metallurgical Analysis, 2016, 36(5): 58-63.
- [14] 张桂竹,李国华. 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定高温合金和耐热不锈钢中铌钒、钛、铬的光谱干扰及校正[J]. 冶金分析,2013,33(8):43-48.  
ZHANG Guizhu, LI Guohua. Spectral interference and correction of vanadium, titanium and chromium during the determination of niobium in high temperature alloy and heat-resistance stainless steel by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry [J]. Metallurgical Analysis, 2013, 33(8): 43-48.
- [15] 陈安明. 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定碳钢及生铁中痕量砷锑铋锡铅[J]. 冶金分析,2007,27(3):68-70.  
CHEN Anming. Determination of trace As, Sb, Bi, Sn and Pb in steel and pig iron by inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry [J]. Metallurgical Analysis, 2007, 27(3): 68-70.
- [16] 韦莉,周素莲,何小虎. 微波消解-电感耦合等离子体原子发射光谱法测定中低合金钢中铌钨钼钴钒锡[J]. 冶金分析,2012,32(8):75-78.  
WEI Li, ZHOU Sulian, HE Xiaohu. Microwave digestion and inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method for the determination of niobium, tungsten, zirconium, cobalt, vanadium and tin in low-medium alloy steel [J]. Metallurgical Analysis, 2012, 32(8): 75-78.

## Determination of cerium in nickel-base alloy by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry with interference coefficient correction

ZHANG Liangliang<sup>1</sup>, WU Ruihong<sup>1</sup>, NIE Haiming<sup>1</sup>, ZHANG Fang<sup>1</sup>, LI Xiaoli<sup>2</sup>

(1. AVIC Metal Test Technology Company Limited, Xi'an 710018, China;

2. Thermo Fisher Scientific(China) Co., Ltd., Beijing 100102, China)

**Abstract:** During the determination of Ce in nickel-base alloy, considering that the conventional analysis lines of Ce have not been found in many types of instruments or are not available, it is necessary to find other available analysis lines with high relative intensity and small interference degree. 5-10 mL of hydrochloric acid and 1 mL of nitric acid were used to dissolve nickel-base alloy, and the method for determination of Ce in nickel-base alloy by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES)-interference coefficient method (IEC) was established. A series of correlation analysis were carried out on more than twenty spectral lines selected from the Ce spectral line list by using Ce series standard solution.

Six spectral lines were selected preliminarily, and the effects of acids and the interfering behavior of co-existing elements were further studied. By analyzing the results of interference experiments, Ce 404.076 nm, Ce 413.765 nm and Ce 456.236 nm were selected as the analytical lines for the determination of Ce in nickel-base alloy, in which Ce 404.076 nm was mainly interfered by Co and less interfered by V and Mn; Ce 413.765 nm was seriously interfered by W and Nb, and less interfered by Co, Ti and V; Ce 456.236 nm was seriously interfered by Ti, followed by Zr and Nb, and less interfered by Co and Mn. However, because V, Mn and Zr in nickel-base alloy were often doped as impurities, in order to simplify the calculation process effectively, the spectral lines were mainly used to correct or eliminate the interference of Co (404.076 nm), W and Nb (413.765 nm), Ti and Co (456.236 nm) when performing interference correction. Based on the analysis of nickel-base alloys (GH4099 and GH4133B), the determination results were consistent with the certified values after the correction of IEC, and the relative standard deviations (RSD,  $n=6$ ) were less than 8.0%.

**Key words:** inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES); interference coefficient correction (IEC); nickel-base alloy; cerium; spectral interference correction

---

## “2021 中国自动及智能在线无损检测技术论坛”会议预通知

为促进自动及智能在线无损检测技术的发展,交流研究成果及实践经验,中国金属学会无损检测分会定于2021年9月11—12日在北京召开“2021 中国自动及智能在线无损检测技术论坛”,全方位、高水平、深层次交流、展示在线自动及智能无损检测的新技术发展和应用。会议将邀请国内著名专家、学者做报告,并邀请国内外知名无损检测设备厂商(公司)参加自动及智能无损检测设备展。本次会议由中国金属学会无损检测分会、钢研纳克检测技术股份有限公司联合主办。

征文包含但不限于以下内容:(1)自动无损检测新方法、新技术;(2)自动无损检测新设备与应用;(3)智能在线无损检测系统及应用;(4)钢铁及其他行业自动及智能检测技术;(5)其他无损检测相关技术等。

注:投稿论文将收录至会议论文集、并择优推荐至《物理测试》期刊([http://www.chinamet.cn/Jweb\\_wlcs](http://www.chinamet.cn/Jweb_wlcs))发表。论文摘要和论文格式按照《物理测试》期刊论文模板。

论文全文提交截止时间:2021年5月31日

论文接收邮箱:yjndt@ncschina.com

论文投稿联系人:马玉亭 13261913745

会务组联系电话:010-62182492/62183117

厂商参展及会议赞助联系人:刘金星 18513056913