

ICP-AES 测定钕铁硼永磁合金中主量元素

罗仕莲^① 邓汉芹^a 宋^a 钟新文^a
(广东省冶金产品质量监督检测中心 广州市 510640)
^a(广东珠江稀土有限公司 广州市 510700)

摘 要 采用 ICP-AES 同时测定了钕铁硼永磁合金中的 Nd、Fe、Co、B、Zr 5 种主量元素。选择了合适的分析线和样品测定浓度, 确定了各元素的检出限为 0.54—1.94 μg/L, 加标回收率为 90.5%—119%。方法准确, 快速、简便, 用于生产实践中, 结果令人满意。

关键词 电感耦合等离子体-原子发射光谱法, 钕铁硼永磁合金, 主量元素。

中图分类号: O657.31 文献标识码: B 文章编号: 1004-8138(2006) 05-0956-03

1 引言

Nd Fe B 磁性材料是一种应用广泛的新型材料^[1], 可应用于电脑硬件、VCD 及 DVD 等高新技术领域, 在永磁电机、扬声器、传感器、仪器仪表、医疗器械、交通运输、磁力设备等众多领域中的应用也日见广泛。有关该材料的成分分析, 目前国内外尚无 ICP-AES 的标准分析方法和标样。材料中主量元素及杂质元素的含量直接影响着其性能^[2]。ICP-AES 常规分析最简便实用的干扰校正方法是基体匹配法, 需预先知道样品基体元素特别是干扰较大的主元素的准确含量^[3]。由于 NdFe B 磁性材料中主量元素含量不是固定不变的, 样品溶液浓度与标准溶液浓度无法严格匹配。容易引起较大误差。如果采用分辨率较高的 ICP 光谱仪, 将样品溶液稀释到 0.1g/L 左右, 以使基体效应可以忽略不计^[4], 再选取无干扰的分析谱线, 可快速、准确地测定材料中各主量元素含量。

2 实验部分

2.1 仪器及工作参数

JY-ULTIMA[®]型电感耦合等离子体发射光谱仪(法国 JY 公司)。全息光栅, 焦距 1m; 固态电路高频发生器, 频率 40.68MHz, 仪器工作条件见表 1。

表 1 仪器工作条件

入射功率(kW)	1	载气流量(L/min)	0.76	出射狭缝(μm)	15
冷却气流量(L/min)	12	载气压力(MPa)	0.3	单色仪光栅(条/mm)	4320+ 2400
辅助气流量(L/min)	0.2	入射狭缝(μm)	20	积分时间(s)	2

2.2 试剂及标准溶液

HNO₃ 为优级纯, 实验用水为二次蒸馏水。

钕、钴标准储备液: 浓度为 100 μg/L (国家标准物质中心制备), 铁、钕标准储备液: 浓度为 1000 μg/mL (国家标准物质中心制备); 氧化钕质量分数大于 99.995% (湖南升华稀土材料公司), 使用时先配成单元素钕含量为 1000 μg/mL 的标准溶液。再用 5% 硝酸稀释, 配成所需浓度的混合

① 联系人, 电话: (020) 85281922(办); 手机: (0) 13016099084; E-mail: pxh@goldensouth.com.cn

作者简介: 罗仕莲(1967—), 女, 广州市人, 工程师, 从事光谱分析与研究工作。

收稿日期: 2006-04-11; 接受日期: 2006-04-28

© 1994-2010 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.c

标准溶液。

2.3 样品的制备

准确称取 1.0000g 样品于 100mL 烧杯中,缓慢加入 10mL 硝酸(1+ 1),得剧烈反应后,低温加热溶解,冷却后定容于 100mL 容量瓶中,摇匀,此溶液浓度为 10g/L,然后用 5%(V/V)硝酸逐级稀释到浓度均为 0.1g/L。摇匀,待测。

3 结果与讨论

3.1 分析线的选择

以谱线灵敏,干扰少和无重叠干扰的原则来选择谱线,不受光谱干扰的谱线如表 2 所示。

表 2 元素分析线

元素	Fe	Nd	Co	B	Zr
波长 λ (nm)	259. 9	401. 2	228. 6	249. 8	339. 2

3.2 方法的检出限

本文用 2.2 中一个高标标准溶液和二次蒸馏水空白溶液作校准曲线,测定 10 次空白溶液的强度,计算其 σ ,以 3σ ,作为分析方法的检出限,结果列于表 3。

表 3 方法的检出限 ($\mu\text{g/L}$)

元素	Fe	Nd	Co	B	Zr
检出限	0. 54	1. 78	1. 72	1. 94	0. 85

3.3 加标回收及精密度

首先按样品分析步骤对 6 个 Nd Fe B 磁性材料样品进行分析测定,再加入一定量待测元素进行测定并计算回收率,每个样品测定 5 次,取平均值。测定结果,方法的精密度和加标回收实验结果列于表 4。

表 4 方法的精密度和回收率 ($n= 5, \text{mg/L}$)

样品	Fe				
	测定量	加入量	测得总量	回收率(%)	RSD(%)
Nd Fe B-1	67. 72	75. 0	138. 1	93. 8	0. 95
Nd Fe B-2	67. 33	75. 0	139. 8	96. 6	1. 02
Nd Fe B-3	71. 9	75. 0	144. 5	96. 8	1. 29
Nd Fe B-4	72. 87	75. 0	147. 0	98. 8	0. 98
Nd Fe B-5	75. 52	75. 0	153. 1	103	1. 27
Nd Fe B-6	66. 82	75. 0	145. 2	104	1. 15
样品	Nd				
	测定量	加入量	测得总量	回收率(%)	RSD(%)
Nd Fe B-1	24. 14	20. 0	44. 72	103	2. 67
Nd Fe B-2	23. 93	20. 0	44. 50	103	0. 98
Nd Fe B-3	22. 68	20. 0	42. 54	99. 3	0. 75
Nd Fe B-4	23. 45	20. 0	43. 28	99. 1	1. 29
Nd Fe B-5	14. 77	20. 0	35. 03	101	0. 80
Nd Fe B-6	24. 45	20. 0	44. 28	99. 1	1. 18
样品	Co				
	测定量	加入量	测得总量	回收率(%)	RSD(%)
Nd Fe B-1	2. 72	2. 00	4. 53	90. 5	1. 36
Nd Fe B-2	2. 89	2. 00	4. 81	96. 0	0. 89
Nd Fe B-3	1. 44	2. 00	3. 43	99. 5	0. 91
Nd Fe B-4	0. 08	2. 00	2. 14	103	1. 65
Nd Fe B-5	0. 69	2. 00	2. 75	103	1. 58
Nd Fe B-6	3. 00	2. 00	5. 01	100	1. 21

续表 4

样品	B				
	测定量	加入量	测得总量	回收率(%)	RSD(%)
Nd Fe B-1	1. 19	1. 50	2. 79	107	0. 96
Nd Fe B-2	1. 09	1. 50	2. 87	119	1. 14
Nd Fe B-3	1. 11	1. 50	2. 86	117	0. 62
Nd Fe B-4	1. 24	1. 50	2. 94	113	0. 69
Nd Fe B-5	3. 05	1. 50	4. 54	99. 3	0. 60
Nd Fe B-6	1. 14	1. 50	2. 69	103	1. 00

样品	Zr				
	测定量	加入量	测得总量	回收率(%)	RSD(%)
Nd Fe B-1	2. 11	2. 5	4. 46	94	1. 49
Nd Fe B-2	2. 99	2. 5	5. 35	94. 4	1. 08
Nd Fe B-3	4. 47	2. 5	6. 84	94. 8	1. 03
Nd Fe B-4	3. 56	2. 5	5. 92	94. 4	1. 49
Nd Fe B-5	1. 76	2. 5	4. 27	100	1. 04
Nd Fe B-6	2. 98	2. 5	5. 5	101	1. 69

4 结论

采用 ICP-AES 将 Nd Fe B 磁性材料样品酸溶后稀释到一定程度, 选取无干扰的分析谱线, 可准确快速测定各主量元素的含量, 方法精密度好, 回收率在 90. 5%—119% 之间, 满足生产实际需要。

参考文献

[1] 叶晓英, 李帆, 庞晓辉. ICP-AES 测定铁钕合金中 Ho、Er、Tb、Tm、Lu、Mo、Nd 等 7 种元素[J]. 光谱实验室, 2003, 20(1): 113—116.
[2] 叶晓英, 李帆. ICP-AES 测定铁钕合金中主量元素及 7 种杂质元素的研究[J]. 光谱实验室, 2001, 18(5): 697—699.
[3] 郑国玲. ICP-AES 分析技术的发展及其在冶金分析中的应用[J]. 冶金分析, 2001, 21(1): 36—43.
[4] 邓汉芹, 钟新文, 宋耀, 宋伟新. ICP-AES 测定南方离子型稀土精矿中稀土配分[J]. 光谱实验室, 2004, 21(2): 309—312.

Determination of High Concentration Elements
in Nd Fe B Permanent Magnetism Alloys by ICP-AES

LUO Shi-Lian DENG Han-Qin^a SONG Yao^a ZHONG Xin-Wen^a
(Guangdong Metallurgical Product's Quality Surveillance and Inspection Center, Guangzhou 510640, P. R. China)
a(Guangdong Zhujiang Rare Earth Co. Ltd., Guangzhou 510700, P. R. China)

Abstract The high concentration elements Fe, Nd, Co, B and Zr in Nd Fe B permanent magnetism alloys were determined by ICP-AES. The spectral interferences of these elements were reduced by choosing optimum spectral lines. The effect of matrix was eliminated by adjusting suitable solution concentration. The detection limit of 5 elements is below 2μg/L. The relative standard deviation and the recovery is in the range of 0. 6%—1. 69% and 90. 5%—119%, respectively. The method is accurate, rapid and convenient, and was successfully applied to production with satisfactory results.

Key words ICP-AES, Nd Fe B Permanent Magnetism Alloy, High Concentration Element.