
ICP光谱法测定镨钕合金中的杂质元素

1 前言

以氧化镨钕为原料,经熔盐电解法生产的镨钕合金,主要用作钕铁硼等永磁材料的原料。随着稀土市场的不断发展,人们对磁性材料的开发利用已由钕合金材料转为镨钕合金材料,打破了金属钕独占磁性材料(NdFeB)的地位,使得很多稀土厂家由生产纯钕产品改为生产镨钕富集物产品,因而对镨钕产品的稀土杂质分析显得尤为重要。电感耦合等离子体原子发射光谱法在稀土分析中已经得到广泛应用,由于稀土谱线极为丰富,因此光谱干扰给稀土分析带来很大困难,尤其是在高纯稀土的痕量分析中其光谱干扰更为严重。镨钕合金由于受镨和钕双重基体的影响,光谱干扰更加复杂,进行光谱分析时谱线选择是最大的难题。

2 仪器简介

Plasma1000型电感耦合等离子体原子发射光谱仪是纳克公司推出的单道顺序扫描光谱仪,本应用报告的所有测量结果均来自这种ICP光谱仪。相对于由中阶梯光栅分光系统和固体检测器组成的ICP光谱仪(即全谱仪),单道顺序扫描光谱仪具有更低的检出限,更高的分辨率和灵敏度,极小的基体效应,更适合测定光谱干扰比较严重的稀土元素,同时此仪器配备功能强大界面友好的分析软件,友好的人机界面,强大的数据处理功能,对输出数据可随机打印,也可自动生成Excel格式的结果报告。

3 样品制备

3.1 准确称取 0.1000g 试样于 150mL 烧杯中,加盐酸 10mL,低温电热炉上加热溶解样品,待样品溶解完后,冷却至室温,转移到 100mL 容量瓶,加水定容至刻度,此溶液用于测量除镨钕以外其他稀土元素;

3.2 准确分取 20mL 1.3.1 的原溶液于 100mL 容量瓶中,补加盐酸 5mL,加水定容至刻度,此溶液用于测量镨和钕元素。

4 仪器参数

功率 1.15 Kw,冷却气流量 18.0 L/min, 辅助气流量 0.8 L/min,载气流量 0.2 L/min,蠕动泵泵速 20 rpm,观测高度距功率圈上方 12 mm, 同轴玻璃气动雾化器, 进口旋转雾室, 三层同轴石英炬管, 中心管 2.0 mm。

5 分析结果

5.1 工作曲线

根据纯溶液中杂质元素谱线的检出限、信背比以及不同稀土基体时的背景相当浓度值和扫描图综合考虑, 选择出适合镨钕基体中的稀土元素分析的最佳分析线作为本实验的考察谱线, 最终选定的最佳谱线列于表1中。

表1 Plasma 1000 仪器上各稀土元素的最佳分析谱线

分析元素	□最佳分析线/ nm	分析元素	□最佳分析线/ nm
La	333.749	Er	337.271
Ce	413.380	Tm	346.220 313.126
Pr	422.535 414.311	Yb	328.937 369.419
Nd	415.608 401.225	Lu	261.542 291.139
Sm	360.949 442.434	Y	371.030 324.228
Eu	412.970 272.778	Dy	340.780
Gd	342.247 335.047	Ho	347.426 345.600
Tb	350.917 367.635		

5.2 检出限

本实验测定了 15 个稀土元素在镨钕基体中对表 1 所选的分析线估算了检出限, 估算结果列于表 2。检出限公式如下:

$$LD = \frac{0.03C}{In/Ib}$$

式中 In/Ib 为分析物的净强度和背景强度比; C 为产生 In/Ib 的分析物浓度。目前稀土行业内镨钕合金的标准要求除镨和钕外, 其它稀土杂质的含量均要求在 0.05%以下, 表 2

结果表明，Plasma 1000 型仪器灵敏度完全满足目前稀土行业测定镨钕合金中的稀土元素的需求。

表 2 各谱线检出限比较

分析元素	□最佳分析线/ nm	Plasma100检出限
La	333.749	0.006
Ce	413.380	0.04
Pr	422.535	0.031
Nd	415.608	0.023
Sm	360.949	0.01
Eu	412.970	0.005
Gd	342.247	0.01
Tb	350.917	0.01
Er	337.271	0.0037
Tm	346.220	0.0021
Yb	328.937	0.001
Lu	261.542	0.0013
Y	371.030	0.0025
Dy	340.780	0.062
Ho	347.426	0.01

5.3 实际样品分析

用此方法对镨钕合金实际样品进行检测，检测结果见表 3，结果令人满意。

表 3 实际样品检测结果 (%)

元素	RE	La	Ce	Pr	Nd	Sm
PN3	100.92	<0.05	<0.05	77.55	23.15	<0.01
PN4	100.78	<0.05	<0.05	76.60	23.90	0.046
元素	Yb	Lu	Tb	Dy	Al	Ca
PN3	<0.01	0.018	0.013	<0.05	0.024	0.051
PN4	<0.01	0.019	0.014	<0.05	0.115	0.050
元素	Eu	Gd	Y	Ho	Er	Tm
PN3	0.045	0.014	0.037	<0.01	0.054	0.040
PN4	0.050	0.014	0.041	<0.01	0.058	0.042
元素	Mo	W				
PN3	0.033	0.017				
PN4	0.037	0.017				

6 结论

纳克生产的Plasma 1000 高分辨率光谱仪与普通分辨率光谱仪相比,背景相当浓度值和光谱干扰程度显著降低,因而提高了检出能力和分析结果的准确度,在以稀土为主要共存物的痕量稀土分析中具有明显优势。Plasma 1000 顺序扫描 ICP 光谱仪分辨率和灵敏度完全满足当前稀土行业对镨钕合金的测定要求。