

使用 Agilent 5800 FACT 技术测定 钕铁硼中的杂质元素

作者

张萍, 赵志飞, 宋娟娥
安捷伦科技(中国)有限公司

摘要

本文介绍了一种采用 Agilent 5800 ICP-OES 结合快速自动曲线拟合技术 (FACT) 准确测定钕铁硼中稀土杂质元素的方法。该方法借助 FACT, 能够有效去除稀土元素之间的谱线干扰; 经模型校正后的所有元素校准曲线的相关系数均高于 0.999, 且 13 种稀土杂质元素的加标回收率在 90.4%–111.3% 之间。所开发的方法灵敏度高、干扰去除效果好, 能够满足钕铁硼样品中杂质元素分析的需求。

前言

钕铁硼作为高性能永磁材料，广泛应用于新能源汽车、风电设备、电子信息、航空航天等领域，是支撑节能环保、高端制造和新兴产业发展的关键基础材料，其性能优劣直接影响终端产品的能效与核心竞争力。钕铁硼的磁性主相是 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ ，稀土杂质（例如 Pr、Sm、Dy 和 Gd 等）会以“原子替换”形式破坏主相结构，导致磁性能发生不可逆的下降；且杂质元素含量的波动还会干扰钕铁硼的熔炼和烧结等关键工艺，导致产品良率骤降。因此，对钕铁硼中的稀土杂质元素进行准确定量至关重要。

《钕铁硼合金化学分析方法》(XB/T 617)^[1] 中的第一法为电感耦合等离子体发射光谱法 (ICP-OES)。在测试过程中，由于稀土元素发射的特征谱线数量多且波长接近，因此这些元素极易相互干扰，影响准确定量。

本文介绍了一种采用 FACT 模式消除稀土元素间谱线干扰的方法。该方法改善了 ICP-OES 分析钕铁硼中稀土元素的准确度和检出限，为钕铁硼材料的高效质量管控提供了可靠的技术支撑。

实验部分

试剂和样品

实验用水为 Millipore Milli-Q 超纯水系统现制备的高纯去离子水；所用标准品为安捷伦提供的含量为 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的 Ce、Dy、Er、Eu、Gd、Ho、La、Lu、Nd、Pr、Sc、Sm、Tb、Th、Tm、Y、Yb 混标（部件号：8500-6944、10000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的 Fe 单标（部件号：5190-8402）、10000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的 Nd 单标（部件号：5190-8420）、1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的 Pr 单标（部件号 5190-8505）单标；钕铁硼样品为市售产品。

仪器和设备

采用 Agilent 5800 ICP-OES，配备 SeaSpray 雾化器和双通道旋流雾化室，以及 1.8 mm 中心管的全可拆炬管组件。

使用 Agilent ICP Expert 软件（7.7.3 版）对仪器进行控制。该软件包含 FACT 功能以及全面的质量控制 (QC)、智能半定量和谱线五星推荐功能 (InteliQuant)（见图 1）、干扰判断以及数据筛选等功能。

样品前处理

称取约 0.1 g 钕铁硼样品；加入 5 mL 由硝酸和盐酸按 1:3 体积比制得的新鲜王水；在电热板上于 150 °C 加热，使样品完全溶解；然后用超纯水定容至 50 mL 待测。

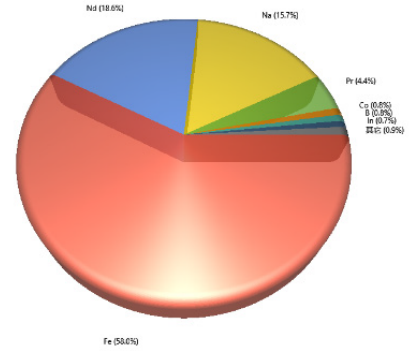
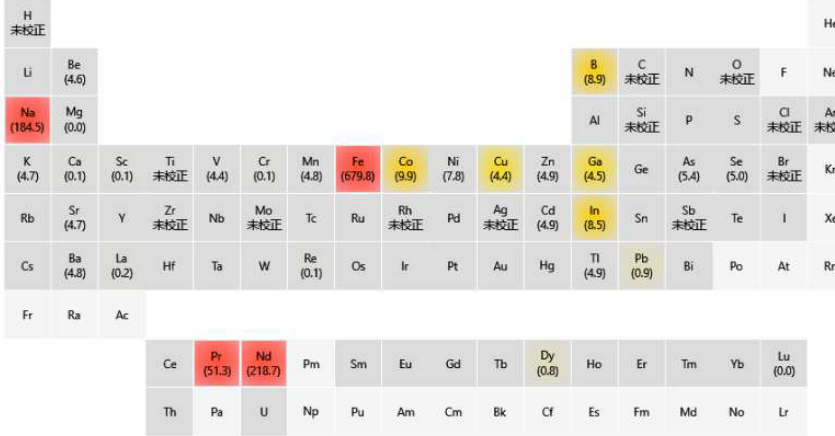
表 1. Agilent 5800 ICP-OES 仪器操作参数

观测方式	轴向观测
读取时间 (s)	10
重复测定次数	3
提升延迟时间 (s)	13
读数稳定时间 (s)	12
泵速 (rpm)	12
射频功率 (W)	1300
等离子体气流量 (L/min)	14
辅助气流量 (L/min)	1.0
雾化气流量 (L/min)	0.7
进样泵管类型	PVC 白色/白色
排废液管类型	PVC 蓝色/蓝色
背景校正	FACT, 拟合

待测元素波长的选择

Agilent ICP Expert 软件的 IQ 功能具备强大的分析与智能决策能力，不仅适用于精准测定样品中各组成成分的比例和元素基本含量，而且能够以直观醒目的不同颜色进行可视化呈现，帮助用户快速识别元素特征，进而科学合理地选择各元素的浓度设置范围。此外，IQ 功能还能够基于样品的具体组成，智能分析并自动推荐待测元素的最佳波长，精准避开样品中高含量元素的干扰，省去繁琐的人工筛选过程，显著提升分析效率和准确度，为用户带来更加便捷、高效的分析体验。

样品 3 原始的



元素	半定量	五星推荐	干扰物	置信区间	其他数据	其他数据
Tb	✓	350.914	***	1.96	20655.2	6010.6
		367.636	* ?	1.84	14579.7	12076.9
	○	387.417	***		73.1	24463.4
	○	370.285	* ?		89.7	6937.9
		332.440	*****		1.9	4548.5
	356.170	*****		8.7	4954.3	
Ti						
Sm	○	359.259	* ?	73.34	717741.1	63521.3
	○	360.949	**		8.5	76747.9
	○	356.827	***		106.6	71031.5
	✓	442.434	*****		140.7	115998.7
Sn		189.925	**		1	1043.3

分析物: Tb(367.636)
 置信区间: 非常弱
 干扰物: Fe(367.631)
 置信区间: 非常强

图 1. 智能化 IQ 的半定量及谱线五星推荐功能

FACT 使用高级光谱建模技术提供实时光谱校正，以数学方式从原始光谱中解析（即分离）分析物信号，并通过分别测定预期组分以及各自的响应来建模。例如，在测定钕铁硼中的 La (408.671 nm) 时，会受到 Nd 408.680 nm 的谱线干扰。基于空白、单标 La 和单标 Nd 建立 FACT 模型后，可以分离出正确的分析物信号，确保分析结果的准确度（见图 2）。

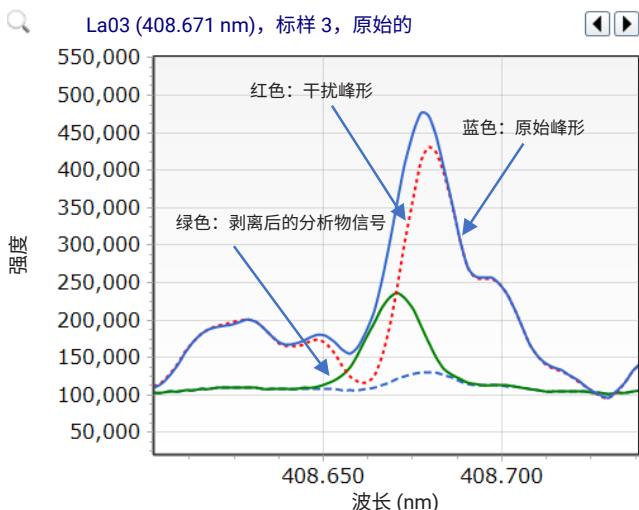


图 2. FACT 解析效果图

结果与讨论

校准曲线浓度范围及线性相关系数

为消除基体干扰，校准曲线配制参考《钕铁硼合金化学分析方法》进行基体匹配。最终选择的元素波长、校准浓度点和背景校正方式见表 2。从表中可以看出，所考察的 13 种稀土杂质元素的校准曲线相关系数均高于 0.999。

表 2. 分析元素波长及线性范围

元素	推荐波长 (nm)	背景校正	校准范围 (mg/L)	线性相关系数
Ce	446.021	FACT	0.05-0.5	0.99943
Dy	357.625	FACT	0.05-0.5	0.99997
Er	369.265	FACT	0.05-0.5	0.99999
Eu	420.504	FACT	0.05-0.5	0.99999
Gd	342.246	FACT	0.05-0.5	1.00000
Ho	341.644	FACT	0.05-0.5	0.99997
La	408.671	FACT	0.05-0.5	0.99995
Lu	261.541	拟合	0.05-0.5	0.99999
Sm	442.434	FACT	0.05-0.5	0.99965
Tb	332.440	FACT	0.05-0.5	0.99995
Tm	329.100	FACT	0.05-0.5	1.00000
Y	371.029	FACT	0.05-0.5	0.99999
Yb	328.937	拟合	0.05-0.5	1.00000

方法检出限及加标回收实验

对处理后的钕铁硼样品进行检测，并计算仪器检出限和方法检出限。具体而言，在预设的方法参数条件下，对空白样品进行 11 次测定，将标准偏差的三倍定义为仪器检出限，并将仪器检出限乘以样品前处理过程中的稀释倍数后定义为方法检出限。为验证方法的可行性，进一步开展了加标回收实验，结果列于表 3 中。从表中可以看出，所考察的 13 种稀土杂质元素的回收率均介于 90.4%-111.3% 之间，证明该方法具有良好的准确度。

表 3. 各元素的检出限及加标回收率

元素	仪器检出限 (µg/L)	方法检出限 (mg/kg)	加标浓度 (mg/L)	加标回收率 (%)	样品含量 (mg/kg)
Ce	4.5	4.5	0.20	90.4	157.4
Dy	3.0	3.0	0.20	111.3	179.6
Er	1.0	1.0	0.01	108.2	3.1
Eu	1.0	1.0	0.01	108.5	ND
Gd	2.5	2.5	0.02	107.9	25.0
Ho	3.0	3.0	0.01	93.5	3.1
La	0.5	0.5	0.02	101.9	14.1
Lu	0.5	0.5	0.01	99.8	1.4
Sm	4.8	4.8	0.02	102.4	21.1
Tb	4.5	4.5	0.01	103.1	4.6
Tm	3.3	3.3	0.01	99.5	ND
Y	0.3	0.3	0.01	100.9	0.7
Yb	0.2	0.2	0.01	98.5	0.3

注：ND 为低于方法检出限

结论

本实验采用 5800 ICP-OES 系统结合安捷伦 FACT 技术，对钕铁硼样品中的 13 种稀土杂质元素进行分析。在存在基体干扰的情况下，所有待测元素的仪器检出限均小于 5 ppb；加标回收率在 90.4%-111.3% 之间；且经过 FACT 解析后的分析结果与 ICP-MS/MS 分析结果的差异极小，表明所开发的方法具有出色的灵敏度、准确度和可靠性。该方法适用于钕铁硼样品中稀土杂质元素的准确定量分析。

参考文献

1. XB/T 617 钕铁硼合金化学分析方法

查找当地的安捷伦客户中心:

www.agilent.com/chem/contactus-cn

免费专线:

800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

联系我们:

LSCA-China_800@agilent.com

在线询价:

www.agilent.com/chem/erfq-cn



微信搜一搜

安捷伦视界

www.agilent.com

DE-011255

安捷伦对本资料可能存在的错误或由于提供、展示或使用本资料所造成的间接损失不承担任何责任。

本文中的信息、说明和指标如有变更,恕不另行通知。

© 安捷伦科技(中国)有限公司, 2025
2025年12月3日, 中国出版
5994-8856ZHCN

