应用简报

材料

Agilent
Trusted Answers

使用 Agilent 5800 ICP-OES 测定氧化镨和金属镨中的稀土杂质元素

作者

尹红军
安捷伦科技（中国）有限公司

摘要

本文介绍了一种使用 ICP-OES 同时准确测定氧化镨和金属镨中稀土杂质元素的定量分析方法。该方法样品前处理速度快、分析效率高，与 FACT（快速自动曲线拟合校正技术）背景校正相结合，可提供准确、稳定的测定结果，能够满足氧化镨和金属镨中稀土杂质元素的日常分析要求。

前言

稀土被称为“工业维生素”，通过少量添加，即可优化材料性能，是高端制造的基石，属于不可替代的战略资源。

氧化镨是稀土永磁体、合金、稀土光学玻璃、催化剂和储氢材料等产品的重要原材料或添加剂之一。作为最广泛使用的钕铁硼永磁体原材料的镨钕氧化物和镨钕合金，其纯度要求一般不低于 99.0%[1-2]。GB/T 5293-2015 规定氧化镨的稀土配分纯度范围为 99.0%–99.99%[3]；GB/T 20892-2020 规定用于磁性材料和储氢材料的金属镨的稀土配分纯度范围为 99.0%–99.9%[4]。

本研究利用电感耦合等离子发射光谱 (ICP-OES) 技术的高效率与高准确度，并结合快速自动曲线拟合技术 (FACT)，成功开发出一种准确测定镨基体中 15 种稀土杂质元素的定量分析方法。该方法性能优异，完全能够满足日常高效、准确地测定杂质元素的分析需求。

实验部分

试剂和样品

盐酸为电子级，购于安谱公司；所用实验用水为 Millipore Milli-Q 超纯水系统现制备的高纯去离子水。

采用稀土多元素混合标准溶液进行分析，其中安捷伦多元素混标溶液（部件号 8500-6944）含有 10 mg/L 的 Ce、Dy、Er、Eu、Gd、Ho、La、Lu、Nd、Pr、Sc、Sm、Tb、Th、Tm、Y 和 Yb。样品为市售产品。

仪器和设备

采用 Agilent 5800 ICP-OES 系统（部件号 G8018AA），配备如下安捷伦模块：垂直双向观测系统、5 通道蠕动泵、双通道耐高基体进样系统、专有中阶梯光栅分光系统和 VistaChip III CCD 检测器（全波长读出时间小于 1 s）。ICP-OES 操作条件见表 1。

表 1. ICP-OES 仪器操作条件

参数	类型或设定值
观测模式	轴向观测
中心管内径	1.8 mm
雾化器	SeaSpray 雾化器
雾化室	双通道玻璃雾化室
射频功率	1200 W
等离子体气流量	12.0 L/min
辅助气流量	1.0 L/min
雾化气流量	0.70 L/min
泵管规格与尺寸	黑色-黑色，0.76 mm
泵速	12 rpm
读数时间	10 s
重复测定次数	3 次
进样提升延迟时间	25 s
读数稳定时间	15 s

校准标样和样品溶液制备

校准标样制备：分别移取 10 mg/L 安捷伦多元素混标溶液 0.00、0.25、0.50、1.00、2.00 和 5.00 mL 于 50 mL 容量瓶中，用 5% HCl 溶液定容至 50 mL，得到目标元素浓度分别为 0.00、0.05、0.10、0.20、0.50 和 1.00 mg/L 的系列混合校准标样。

样品溶液制备：准确称取 0.5 g（精确至 0.1 mg）样品于 50 mL 容量瓶中，分别加入 5 mL HCl，低温加热至溶解完全，冷却后，用高纯去离子水定容至 50 mL。然后用 5% HCl 稀释 10 倍，待上机检测。

FACT 校正所需基体溶液制备：99.999% 高纯氧化镨基体溶液的制备过程与样品溶液制备过程相似，定容后的氧化镨基体溶液浓度为 1000 mg/L。采用此背景校正技术时，标准工作曲线溶液中无需加入基体，配制过程简单方便，可实现高效分析。

结果与讨论

校准曲线和检出限

采用校准曲线法对目标元素（包括 Ce、Dy、Er、Eu、Gd、Ho、La、Lu、Nd、Sc、Sm、Tb、Tm、Y 和 Yb）进行定量。将 1000 mg/L 镨基体溶液进样至 Agilent 5800 ICP-OES 系统，按照上述分析条件重复测定 11 次，并基于测定结果的 3 倍标准偏差和样品稀释倍数来确定方法检出限 (MDL)。参考 GB/T 18115.3-2006 中的推荐波长[3]，并结合本仪器的干扰消除效果，选择目标元素的分析波长和背景校正方式。各元素校准工作曲线浓度分别为 0.00、0.05、0.10、0.20、0.50 和 1.00 mg/L，对应的校准曲线的相关系数 (R) 以及计算得到的对应 MDL 结果列于表 2 中。从表中可以看出，所分析的 15 种目标元素的线性相关系数均大于 0.99995，远高于日常分析 0.999 以上要求；各元素方法检出限除 Ce 元素为 13.57 mg/kg 外，其余元素均小于 4.64 mg/kg，完全满足 GB/T 18115.3-2006 标准中测定范围的要求。

表 2. 元素波长、背景校正方式、相关系数及方法检出限

元素	波长 (nm)	背景校正方式	线性相关系数 (R)	MDL (mg/kg)
Ce	446.021	FACT	0.99999	13.57
Dy	338.501	FACT	0.99999	4.64
Er	323.058	FACT	0.99999	3.38
Eu	281.393	FACT	0.99999	1.09
Gd	310.050	FACT	0.99999	4.25
Ho	341.644	FACT	0.99999	4.08
La	333.749	FACT	0.99999	1.88
Lu	289.484	FACT	0.99999	0.48
Nd	417.732	FACT	0.99999	3.95
Sc	255.235	FACT	0.99999	0.35
Sm	443.432	FACT	0.99999	1.94
Tb	350.914	FACT	0.99999	2.57
Tm	344.150	FACT	0.99999	2.67
Y	321.668	FACT	0.99999	0.44
Yb	289.138	FACT	0.99999	0.63

基体干扰消除

由于 Pr_6O_{11} 基体对待测元素谱线干扰强烈，因此本实验采用 FACT 背景校正模式以消除 Pr 基体的谱峰干扰。图 1 展示了 Pr_6O_{11} 样品和 Pr_6O_{11} 加标样品（Pr_6O_{11} 加标浓度为 200 µg/L）的 Gd 310.050 nm 和 Tm 344.150 nm 谱图。从图中可以看出，经 FACT 校正后，Gd 310.050 nm 和 Tm 344.150 nm 谱图基线平稳；且加标样品中的目标元素谱峰呈现为规则的正态分布峰，表明基体干扰谱线消除效果良好。

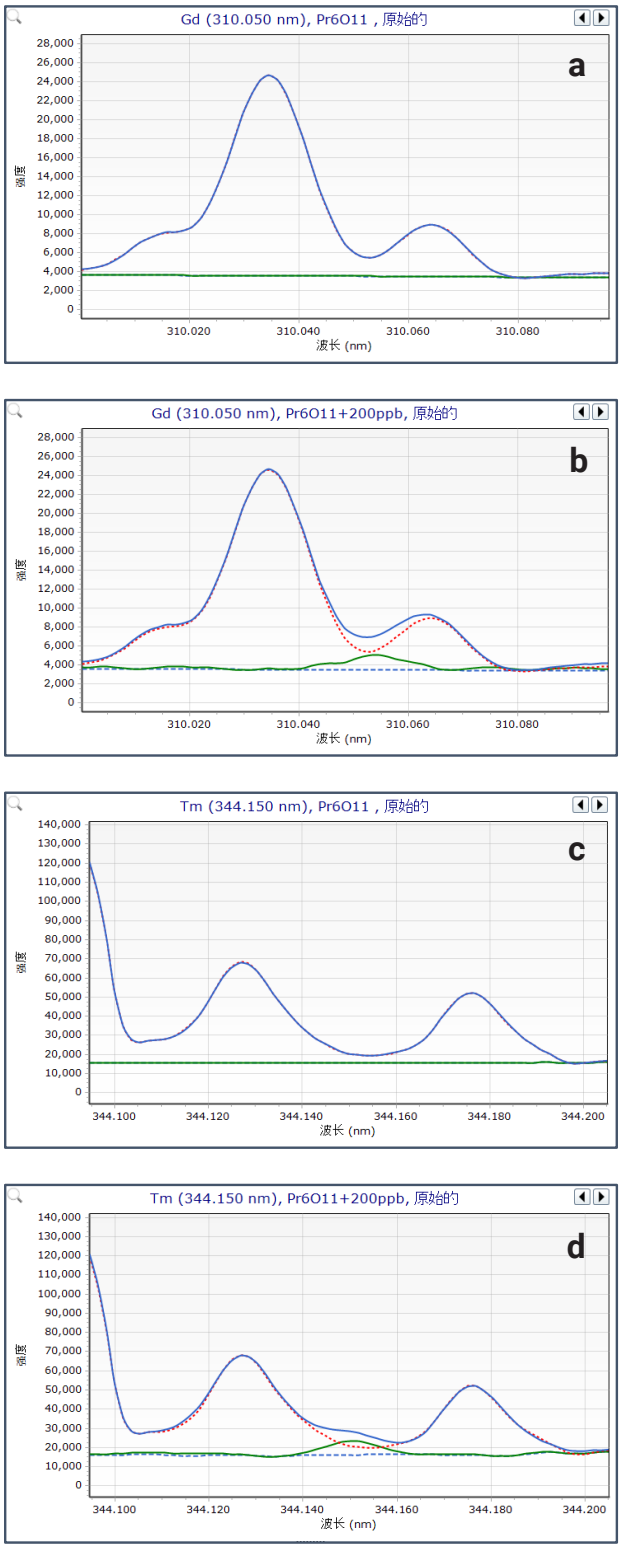


图 1. 采用 FACT 校正背景干扰后得到的 Pr_6O_{11} 样品和加标样品中的目标元素谱图

a. Pr_6O_{11} 样品的 Gd 310.050 nm 谱图；b. Pr_6O_{11} 加标样品（Pr_6O_{11} 加标浓度为 200 µg/L）的 Gd 310.050 nm 谱图；c. Pr_6O_{11} 样品的 Tm 344.150 nm 谱图；d. Pr_6O_{11} 加标样品（Pr_6O_{11} 加标浓度为 200 µg/L）的 Tm 344.150 nm 谱图（图中，蓝色谱峰表示样品实际谱图；红色虚线谱峰表示 Pr 基体干扰峰；绿色谱峰表示经 FACT 校正后的谱峰）

样品分析结果与加标回收率

利用上述 ICP-OES 方法，分别对氧化镨未知样品 A、B 和 C 以及金属镨未知样品进行分析。所考察的 15 种稀土杂质元素的实测浓度见表 3。同时，采用 ICP-MS/MS 对相同样品进行验证测试。通过对比发现，各目标元素的 ICP-OES 测定结果与 ICP-MS/MS 测定结果一致性良好（见表 3），表明本文所述的 ICP-OES 方法具有良好的适用性。

表 3. 实际样品分析结果

元素	氧化镨样品						金属镨样品	
	ICP-OES 分析结果			ICP-MS/MS 验证结果			ICP-OES 分析结果	ICP-MS/MS 验证结果
	样品 A (%)	样品 B (%)	样品 C (%)	样品 A (%)	样品 B (%)	样品 C (%)	金属镨 (%)	金属镨 (%)
Ce	0.00152	< MDL	0.0390	0.00179	0.00086	0.0416	< MDL	0.00089
Dy	0.00107	0.00193	< MDL	0.00104	0.00190	0.00008	< MDL	0.00002
Er	0.00092	0.00182	< MDL	0.00102	0.00201	0.00010	< MDL	0.00003
Eu	0.00081	0.00175	< MDL	0.00099	0.00191	0.00001	< MDL	0.000001
Gd	0.00100	0.01804	0.00083	0.00100	0.01785	0.00096	< MDL	0.00005
Ho	0.00087	0.00173	< MDL	0.00098	0.00171	0.00001	< MDL	0.00005
La	0.00078	0.00625	0.01034	0.00078	0.00626	0.01032	0.00024	0.00020
Lu	0.00087	0.00162	0.00007	0.00092	0.00173	0.00007	< MDL	0.00002
Nd	0.00265	0.0166	0.1524	0.00238	0.0162	0.1450	< MDL	0.00173
Sc	0.00033	0.00114	< MDL	0.00036	0.00137	0.00003	< MDL	0.000001
Sm	0.00072	0.00159	< MDL	0.00091	0.00161	0.00005	< MDL	0.00001
Tb	0.00080	0.00076	< MDL	0.00087	0.00085	0.00007	< MDL	0.00005
Tm	0.00087	0.00220	< MDL	0.00080	0.00205	0.000008	< MDL	0.000002
Y	0.00079	0.00010	0.00048	0.00075	0.00005	0.00050	< MDL	0.00001
Yb	0.00086	0.00190	< MDL	0.00095	0.00203	0.00001	< MDL	0.00002

还采用 ICP-OES 方法进行了样品加标回收率测试，其中氧化镨样品 A、B 和 C 中各目标元素的加标浓度均为 200 µg/L。所得加标回收率结果列于表 4 中，从表中可以看出，三种氧化镨样品中各目标元素的加标回收率均处于 90.52% –103.32% 之间，表明该方法具有良好的准确度。

表 4. 样品加标回收率

元素	氧化镨样品			金属镨样品 (%)
	样品 A (%)	样品 B (%)	样品 C (%)	
Ce	103.32	92.48	97.55	101.09
Dy	98.31	97.09	97.30	96.35
Er	98.02	97.17	96.29	94.29
Eu	99.07	96.30	97.79	95.24
Gd	97.63	96.89	97.34	93.86
Ho	100.04	96.42	96.30	96.42
La	99.21	97.14	98.10	95.50
Lu	96.52	94.65	94.96	93.08
Nd	97.73	96.46	97.62	95.13
Sc	94.12	92.05	92.10	90.52
Sm	101.11	99.54	99.93	97.09
Tb	99.71	96.47	96.74	96.32
Tm	97.75	95.16	96.43	95.99
Y	97.46	95.07	95.97	94.12
Yb	97.04	94.02	95.81	92.34

稳定性测试

在无内标校正的条件下，采用上述 ICP-OES 方法连续进样分析杂质元素加标浓度为 200 µg/L 的样品，以考察方法的稳定性。结果列于表 5 中。从表中可以看出，在 4 h 稳定性测试中，各稀土杂质元素的实测浓度 RSD 均处于 0.790% – 3.571% 的范围内；其中，Ce 元素受到的谱线干扰相对较大，但是经 FACT 校正后，测定结果仍表现出良好的稳定性。

表 5. 4 h 稳定性测试结果

元素	波长 (nm)	4 h 测定 RSD (%)	元素	波长 (nm)	4 h 测定 RSD (%)
Ce	446.021	3.571	Nd	417.732	1.084
Dy	338.501	1.501	Sc	255.235	0.800
Er	323.058	1.045	Sm	443.432	0.820
Eu	281.393	0.891	Tb	350.914	2.210
Gd	310.050	1.074	Tm	344.150	2.817
Ho	341.644	1.828	Y	321.688	1.095
La	333.749	1.390	Yb	289.138	0.790
Lu	289.484	0.814			

结论

本文介绍了一种采用安捷伦高性能 5800 ICP-OES 系统测定氧化镨和金属镨中稀土杂质元素的定量分析方法。该方法具有良好的基体耐受性以及出色的灵敏度和准确度；与 FACT 背景校正模式结合使用，能够有效去除样品中基体的谱线和背景干扰；并且在 4 h 稳定性测试中表现出良好的稳定性。该方法适用于准确测定氧化镨和金属镨中的杂质元素，能够为稀土行业实现快速、高效的元素定量分析提供助力。

参考文献

1. GB/T 31965-2015 镨钕氧化物
2. GB/T 20892-2020 镨钕合金
3. GB/T 5293-2015 氧化镨
4. GB/T 19395-2013 金属镨
5. GB/T 18115.3-2006 稀土金属及其氧化物中稀土杂质化学分析方法 第 3 部分：镨中镧、铈、钕、钐、铕、钆、铽、镝、钬、铒、铥、镱、镥和钇量的测定

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



www.agilent.com

DE-013621

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，2026

2026 年 3 月 31 日，中国出版
5994-8955ZHCN

Agilent
Trusted Answers