

电感耦合等离子体发射光谱(ICP-OES)法 测定钕铁硼磁体中铅含量

朱小龙

(宁波市计量测试研究院, 浙江 宁波 315048)

摘要 采用硝酸消解处理钕铁硼磁体,以基体匹配法建立了电感耦合等离子体发射光谱(ICP-OES)法测定钕铁硼中铅含量的方法,研究了仪器的工作条件和分析波长。结果表明,工作曲线的线性相关系数为0.999 93,方法检出限为0.009 $\mu\text{g/mL}$,加标回收率达到104%,相对标准偏差小于3%。方法检出限低,满足实际检测需求,可以快速准确方便地测定钕铁硼中铅含量。

关键词 电感耦合等离子体发射光谱法;钕铁硼;重金属;铅

中图分类号:O657.31;TH744.11

文献标志码:A

文章编号:2095-1035(2019)02-0009-03

Determination of Lead in Neodymium-iron-boron with ICP-OES

ZHU Xiaolong

(Ningbo Institute of Measurement and Testing, Ningbo, Zhejiang 315048, China)

Abstract The sample of neodymium-iron-boron magnet was digested by nitric acid. An analysis method was established for determination of heavy metal lead in neodymium-iron-boron magnet with inductively coupled plasma optical emission spectrometer(ICP-OES). The working conditions of the instrument and analysis wavelength were discussed. The results showed that the linear correlation coefficient was 0.999 93, the detection limit was 0.009 $\mu\text{g/mL}$, the recovery of standard addition was 104%, the relative standard deviation was less than 3%. This method can meet the actual analysis requirements with low detection limit; can quickly, conveniently and accurately detect the heavy metal lead in neodymium-iron-boron magnet.

Keywords ICP-OES; neodymium-iron-boron; heavy metal; lead

前言

钕铁硼磁体由于超高的性价比和优异的磁性

能,使其广泛应用于能源、交通、机械、医疗、通讯、军工等领域,是当今社会不可或缺的工业产品。其不但具有超高的磁能积和矫顽力,同时还有高能量密

收稿日期:2018-11-14 修回日期:2018-12-31

作者简介:朱小龙,男,工程师,主要从事化学检测研究。E-mail:3060901154@163.com

本文引用格式:朱小龙. 电感耦合等离子体发射光谱(ICP-OES)法测定钕铁硼磁体中铅含量[J]. 中国无机分析化学, 2019,9(2):9-11.

ZHU Xiaolong. Determination of Lead in Neodymium-iron-boron with ICP-OES[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2019,9(2):9-11.

度,推动了仪器仪表等相关工业领域的快速发展。生产钕铁硼磁铁的主要原材料有稀土金属钕、稀土金属镨、纯铁、硼铁合金以及其他稀土原料,因此钕铁硼中含有大量的铁、稀土元素钕和硼。原材料中的杂质铅成分将直接带入钕铁硼磁体,从而影响产品性能,因此控制和检测杂质含量显得尤为重要。随着检测技术的发展,电感耦合等离子体发射光谱(ICP-OES)法因其线性范围宽、谱线选择多、准确度高、结果重复性好等优点而被应用于各种材料的检测领域^[1-4],其中也包括铁精粉中的铅检测^[5]和汽油中的铅检测^[6],而钕铁硼中重金属元素铅含量的测定则未见报道。本文采用硝酸消解钕铁硼样品,以基体匹配法进行光谱分析,建立了电感耦合等离子体发射光谱法测定钕铁硼中重金属铅含量的分析方法,并进行了相应的方法验证^[7],为钕铁硼中铅含量的测定提供了可行有效的方法。

1 实验部分

1.1 方法原理

采用电感耦合等离子体发射光谱法测定钕铁硼中铅的含量,试样以硝酸溶解,在稀硝酸介质中,直接以氩等离子体光源激发,以基体匹配法进行光谱测定。

1.2 试剂和仪器

硝酸(国药集团,优级纯);超纯水(自制,一级水,电阻率 18.2 MΩ·cm,25℃);铅标准储备溶液(钢铁研究总院,1 000 mg/L);氩气(上海林德气体,纯度>99.999%)。

ME104 电子天平(梅特勒托利多);ULTIMA2 电感耦合等离子体发射光谱仪(日本 HORIBA)。

1.3 仪器工作条件

采用单道扫描电感耦合等离子体发射光谱仪,增大射频发生器功率时光谱强度明显增强,但是背景信号同时增强,经仪器调试选择 1 000 W 为工作功率;雾化气流量的大小决定了待测样品的浓度大小,雾化气流量过大将降低样品信号强度,导致仪器灵敏度降低,经调试选择 0.88 L/min 左右为雾化气流量。其他条件为等离子气流量 12.5 L/min,辅助气流量 0 L/min,护套气流量 0.2 L/min,护套气压强 0.29 MPa。

1.4 样品处理

将钕铁硼样品用超纯水洗净,低温烘干,称取 0.250 0 g 样品,精确至 0.000 1 g。将样品置于 100 mL 烧杯中,加入 12 mL 硝酸(1+1),溶解完全,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中用水稀释至刻度,混匀。

1.5 标准工作溶液的配制

钕铁硼基体溶液:称取 1.458 1 g 氧化钕于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(1+1),加热溶解至清亮,冷却至室温;称取 3.250 0 g 铁于 200 mL 烧杯中,加入 40 mL 硝酸(1+1),加热溶解至清亮,冷却至室温。将两份溶液移入同一个 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 6.25 mg 钕和 16.25 mg 铁。

将铅标准溶液按表 1 分别移入 6 个 100 mL 容量瓶中,加入 10.00 mL 钕铁硼基体溶液,并补加 8 mL 硝酸(1+1),以水稀释至刻度,混匀,制得标准工作溶液。

表 1 标准工作溶液的制备
Table 1 The preparation of series standard solution
/(μg·mL⁻¹)

标液序号	Nd	Fe	Pb
1	625	1 625	0
2	625	1 625	0.5
3	625	1 625	1.0
4	625	1 625	2.0
5	625	1 625	5.0
6	625	1 625	10

1.6 分析波长

分析波长的选择可以影响检测数据的准确性和稳定性,参考仪器推荐的分析波长资料库,选择光谱强度值高、受共存元素光谱干扰小的波长为分析波长,实验中选择 Pb 的分析波长为 280.200 nm。

2 结果与讨论

2.1 方法检出限

将 1~6 号系列标准工作溶液依次进行分析,以光谱强度 *I* 为纵坐标,溶液浓度 *c* 为横坐标,制得标准曲线 $I = 13\,409 + 381\,820c$,其线性相关系数为 0.999 93,满足分析需求。由光谱仪重复测定空白溶液 10 次得到测定结果如表 2。

表 2 空白测定结果
Table 2 Blank test results

10 次空白光谱强度 <i>I</i>					平均值	标准偏差 <i>S</i>
13 309.07	11 706.84	11 280.27	12 344.45	13 019.19	12 510.11	1 132.48
13 917.93	12 871.21	13 699.02	12 659.26	10 293.86		

根据公式(1)计算方法检出限^[8]:
$$MDL = 3S/b$$

(1)
式中:MDL—方法检出限,μg/mL;
S—10 次空白溶液标准偏差;
b—工作曲线斜率。
经计算可得方法检出限 MDL=0.009 μg/mL。

2.2 加标回收实验

采用本方法进行加标回收实验,在样品中加入一定量的标准溶液,实验结果见表 3,结果显示 Pb 的回收率为 104%,满足分析测试需求。

表 3 加标回收实验结果

Table 3 Test result of recovery / (μg · mL ⁻¹)				
元素	本底值	加标值	测定值	回收率/%
Pb	0.327	0.5	0.846	104

表 5 精密度实验结果

Table 5 Test result of precision

元素	测定结果/(μg · mL ⁻¹)					平均值/ (μg · mL ⁻¹)	RSD /%
Pb	0.325	0.328	0.316	0.331	0.335	0.315	0.327 2.7
	0.327	0.321	0.336	0.342	0.318		

3 结论

采用硝酸溶解处理钹铁硼样品,在标准溶液中加入相应量的钹和铁进行基体匹配,建立了电感耦合等离子体发射光谱法测定钹铁硼中重金属铅含量的分析方法。在相应仪器工作条件和分析波长下,该方法检出限低、回收率好、准确度和精密度高,满足实际分析测试需求,可以快速准确地检测钹铁硼中的铅含量,对其他重金属杂质的检测也有一定的指导意义。

参考文献

[1]胡秀芳,飞跃,刘勇,等. ICP-AES 法测定 U-Zr 合金中 Zr[J]. 分析试验室 (Chinese Journal of Analysis Laboratory),2015, 34(8): 962-964.
[2]聂西度,符靓. 直接进样 ICP-OES 法测定 N-甲基吡咯烷酮(NMP)中的 12 种杂质元素[J]. 光谱学与光谱分析 (Spectroscopy and Spectral Analysis), 2017, 37 (3):

2.3 准确度实验
采用已知 Pb 浓度的溶液进行准确度实验,实验结果如表 4,结果显示本方法准确度较高,适用于钹铁硼中铅含量的测定。

表 4 准确度实验结果

Table 4 Test result of accuracy

元素	标准值/ (μg · mL ⁻¹)	测定值/ (μg · mL ⁻¹)	差值/ (μg · mL ⁻¹)	相对标准 偏差/%
Pb	5.00	5.14	0.14	2.80

2.4 精密度实验

将待测钹铁硼溶液重复测定 11 次,以其相对标准偏差(RSD)作为本方法的精密度,测定结果如表 5 所示,可见其 RSD 为 2.7 %。

910-913.
[3]刘婷. 微波消解-ICP-OES 法测定哈氏 C-276 合金中 Cr、Fe、Mo、W 元素[J]. 分析测试技术与仪器 (Analysis and Testing Technology and Instruments), 2017, 23 (1): 34-38.
[4]张帆,崔岩,刘连利,等. 微波消解 ICP-OES 测定牛蒡茶中的矿质元素[J]. 食品工业科技 (Science and Technology of Food Industry), 2015, 36(6): 66-68.
[5]郭利军,耿艳霞,刘佳,等. 微波消解电感耦合等离子体原子发射光谱法测定铁精粉中钾钠铅锌[J]. 冶金分析 (Metallurgical Analysis), 2009, 29(6): 50-53.
[6]乐弋波,张继东,邱丰,等. 有机相直接进样 ICP-OES 法同时快速测定车用汽油中硅、铅、铁、锰[J]. 分析试验室 (Chinese Journal of Analysis Laboratory), 2017, 36(5): 538-542.
[7]国家标准化管理委员会. 化学分析方法验证确认和内部质量控制要求 GB/T 32465—2015[S]. 北京: 中国标准出版社, 2016.
[8]国家计量局. 发射光谱仪检定规程 JJG 768—2005[S]. 北京: 中国计量出版社, 2006.