

使用 ICPE-9820 氢氟酸进样系统测定沉淀水合二氧化硅中多种元素的含量

ICP-161

摘要：本文参考标准《沉淀水合二氧化硅中铁、锰、铜、铝、钛、铅、铬、钙、镁、锌、钾、钠含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》(SN/T 5249-2020)，使用岛津 ICPE-9820 型电感耦合等离子体发射光谱仪 (ICP-OES) 建立了测定沉淀水合二氧化硅中多种元素含量的方法。实验结果表明，该方法所有元素的线性均良好 ($r > 0.999$)，方法检出限低 (0.01~6.53 mg/kg)，测定结果准确 (回收率 90.2%~109%)，重复性好 ($RSD \leq 1.24\%$)，大大满足标准的要求。

关键词：ICP-OES 二氧化硅 氢氟酸系统 元素分析

水合二氧化硅，俗名白炭黑，是一种白色无定形粉末，质软而松散。有别于气相合成法及其它合成手段，水合二氧化硅是通过水玻璃 (Na_2SiO_3) 与硫酸或盐酸作用，生成硅酸，再分解而制得。白炭黑具有无毒，耐高温，绝缘性高，比表面积大及结构性高等特点，其市场需求量大，主要用作橡胶的补强填料。

金属元素是水合二氧化硅重要的质量指标之一，其种类和含量对产品性能和使用安全性具有显著影响。

因此，对水合二氧化硅中特定元素含量进行测定具有重要意义。电感耦合等离子体发射光谱仪 (ICP-OES) 具有分析效率高、线性范围宽、检测限较低等优点，是测定元素含量的有力工具。

本文参考标准 SN/T 5249-2020，使用岛津电感耦合等离子体发射光谱仪 ICPE-9820 对水合二氧化硅中的多种元素含量进行测定，并进行方法学考察。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPE-9820 电感耦合等离子体发射光谱仪，配氢氟酸进样系统。

1.2 仪器条件

表 1 ICP-OES 分析条件

仪器参数	设定值	仪器参数	设定值
高频功率	1.40 kW	等离子体气流速	20.0 L/min
辅助气流速	1.40 L/min	载气流速	0.70 L/min
炬管类型	耐氢氟酸炬管	雾化器类型	氢氟酸用雾化器
雾化室	耐氢氟酸旋流雾化室	高频频率	27.12 MHz

■ 样品前处理

准确称取 2.0 g (精确到 0.1 mg) 市售某品牌水合二氧化硅粉末于聚四氟乙烯烧杯中，加入 10 mL 氢氟酸和 0.5 mL 高氯酸，将烧杯置于电热板上，加热使样品溶解，再继续加热至高氯酸烟冒尽，取下自然冷却，再加入 5 mL 5% 盐酸加热溶解残余物。消解完毕，待溶液冷却至室温后，用超纯水定容至 50 mL 塑料消解管中，摇匀待测。同时制备样品空白。

■ 结果与讨论

3.1 标准曲线和检出限

使用 5% 盐酸配制各元素标准溶液，标准溶液浓度见表 2，部分元素标准曲线见图 1~ 图 6。

表 1 ICP-OES 分析条件

元素	浓度 (mg/L)					
	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6
Al	0	10.0	20.0	40.0	100.0	200.0
Ca	0	1.00	2.00	4.00	10.0	20.0
Cd	0	0.05	0.10	0.25	0.50	1.00
Cr	0	0.05	0.10	0.25	0.50	1.00
Cu	0	0.05	0.10	0.25	0.50	1.00
Fe	0	1.00	2.00	40.0	10.0	20.0
K	0	1.00	2.00	5.00	10.0	20.0
Mg	0	0.05	0.10	0.25	0.50	1.00
Mn	0	0.05	0.10	0.25	0.50	1.00
Na	0	20.0	40.0	80.0	200.0	400.0
Pb	0	0.05	0.10	0.25	0.50	1.00
Ti	0	2.00	5.00	10.0	20.0	50.0
Zn	0	0.05	0.10	0.25	0.50	1.00

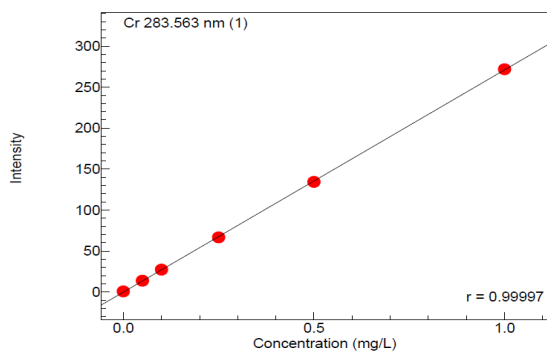


图 1 Cr 元素标准曲线

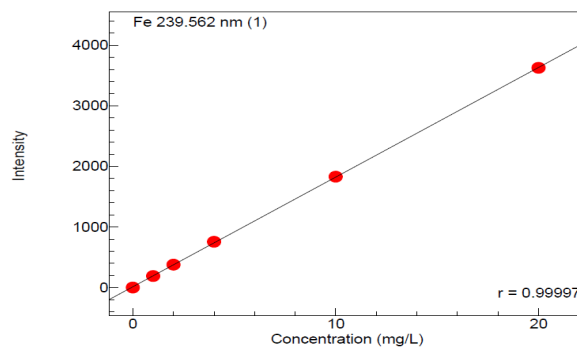


图 2 Fe 元素标准曲线

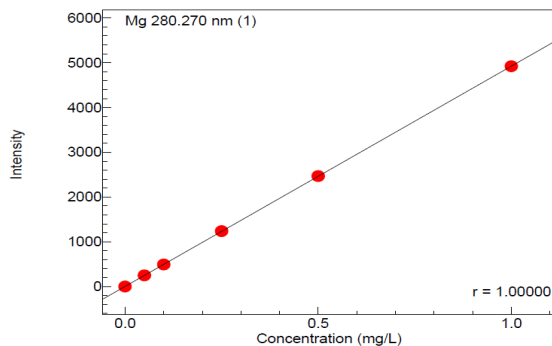


图 3 Mg 元素标准曲线

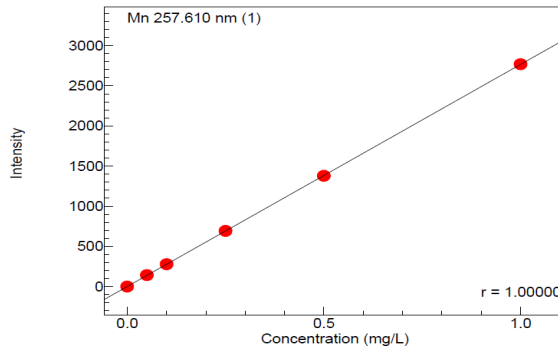


图 4 Mn 元素标准曲线

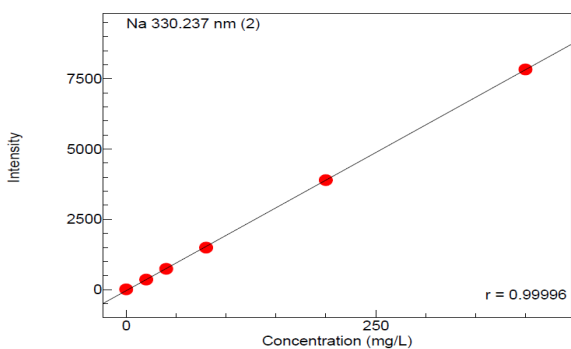


图5 Na元素标准曲线

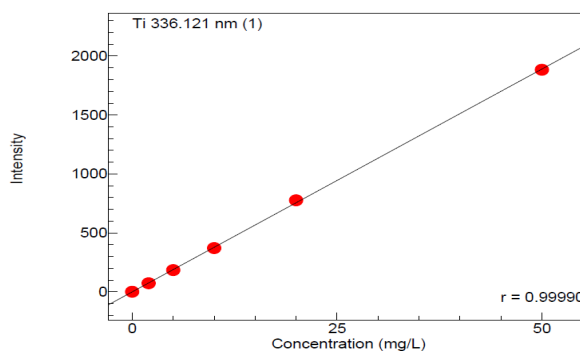


图6 Ti元素标准曲线

使用样品空白溶液测定 10 次，以样品空白浓度的 3 倍标准偏差 (SD) 计算检出限。按照样品称样量 2.0g，定容体积 50 mL，计算得到该方法的检出限，结果见表 3。

表 3 方法检出限

元素	波长 (nm)	观测方向	方法检出限 (mg/kg)
Al	309.271	径向	4.75
Ca	396.847	径向	0.15
Cd	228.802	径向	0.11
Cr	283.563	径向	0.20
Cu	324.754	轴向	0.03
Fe	239.562	径向	0.20
K	766.490	轴向	5.00
Mg	280.270	径向	0.01
Mn	257.610	径向	0.02
Na	330.237	轴向	6.53
Pb	220.353	轴向	0.30
Ti	336.121	径向	0.78
Zn	213.856	径向	0.11

3.2 部分元素谱峰轮廓

岛津智能化 ICPEsolution 软件具有强大的方法开发助手和结果诊断助手功能，能极大提高方法建立和数据处理效率。ICP-OES 分析多元素时可能会发生谱线重叠干扰，ICPEsolution 软件具有“最佳波长优化”功能，可根据元素各谱线的灵敏度和干扰情况，自动推荐最佳波长。部分元素的谱峰轮廓见图 7~ 图 10 所示。

Ca 396.847 Best

条件1

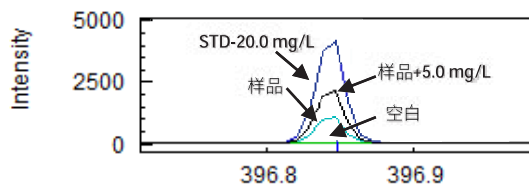


图7 Ca的谱峰轮廓

Fe 239.562 Best

条件1

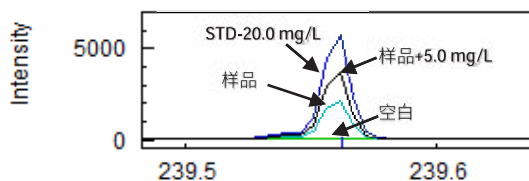


图8 Fe的谱峰轮廓

Mn 257.610 Best

条件1

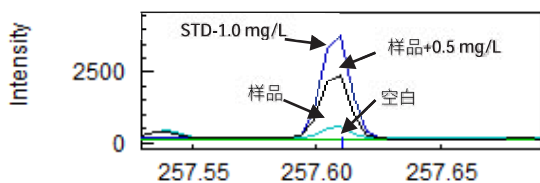


图9 Mn 的谱峰轮廓

Ti 336.121 Best

条件1

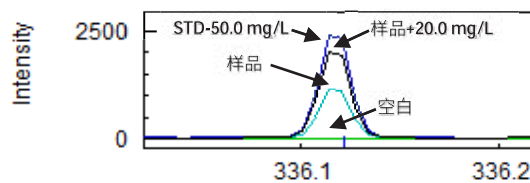


图10 Ti 的谱峰轮廓

3.3 样品结果

对消解后的水合二氧化硅样品进行测定，并进行加标回收试验，结果见表4。

表4 水合二氧化硅中元素含量测定结果

元素	测定浓度 (mg/L)	样品含量 (mg/kg)	加标浓度 (mg/L)	测定浓度 (mg/L)	回收率 (%)	RSD (%, n=4)
Al	34.4	843	30.0	62.3	93.0	0.53
Ca	5.02	124	5.0	10.2	104	0.49
Cd	N.D.	N.D.	0.50	0.53	106	1.24
Cr	0.16	4.06	0.50	0.64	95.6	1.00
Cu	0.03	0.82	0.50	0.50	93.4	0.61
Fe	7.35	182	5.0	12.8	109	0.30
K	8.28	204	10.0	17.7	94.2	0.91
Mg	0.29	7.24	0.50	0.82	105	0.81
Mn	0.11	2.74	0.50	0.62	103	1.00
Na	297	7340	100	396	99.1	0.30
Pb	N.D.	N.D.	0.50	0.45	90.2	0.19
Ti	23.3	576	20.0	41.7	92.0	0.46
Zn	0.03	0.74	0.50	0.57	109	0.45

注：N.D. 表示未检出。

■ 结论

使用岛津 ICPE-9820 型电感耦合等离子体发射光谱仪和氢氟酸进样系统对水合二氧化硅的元素含量进行测定，所有元素线性良好 ($r > 0.999$)，检出限低，加标回收率好 (90.2%~109%)，满足沉淀水合二氧化硅中各元素含量测定的要求。

岛津应用云

