

# ICPE-9820 测定玻璃纤维中杂质元素的含量

## ICP-194

**摘要：**参考《玻璃纤维及原料化学元素分析方法 电感耦合等离子体发射光谱法（征求意见稿）》对玻璃纤维样品进行样品前处理，使用岛津电感耦合等离子体发射光谱仪 ICPE-9820 对玻璃纤维中的多种杂质元素进行测定，并进行方法学考察。

**关键词：**ICPE-9820 玻璃纤维 杂质元素

### 技术特点：

- ❖ 操作简单，分析速度快，精度高，稳定性好。
- ❖ 采用轴向径向双向观测技术灵活应对不同含量范围的元素测定。

玻璃纤维（Fiberglass），是一种性能优异的无机非金属材料，种类繁多，优点是绝缘性好、耐热性强、抗腐蚀性好、机械强度高，但缺点是性脆，耐磨性较差。它是以叶腊石、石英砂、石灰石、白云石、硼钙石、硼镁石等矿石为原料经高温熔制、拉丝、络纱、织布等工艺制造成的，其单丝的直径为几个微米到二十几个微米，相当于一根头发丝的 1/20-1/5，每束纤维原丝都由数百根甚至上千根单丝组成。玻璃纤维通常应用于复合材料中的增强材料、电绝缘材

料和绝热保温材料、电路板等国民经济各个领域。

电感耦合等离子体发射光谱法（ICP-OES）具有测定线性范围宽、精密度高、运行成本低等优点，是元素分析的有力工具，能够对玻璃纤维中多种杂质元素进行同时分析测定。

本文使用岛津电感耦合等离子体发射光谱仪 ICPE-9820 对玻璃纤维中的多种杂质元素进行测定，并进行方法学考察。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器设备

岛津 ICPE-9820 电感耦合等离子体发射光谱仪

### 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	1.20 kW	等离子体气流速	10.0 L/min
辅助气流速	0.60 L/min	载气流速	0.70 L/min
炬管类型	Mini 炬管	雾化器类型	同心雾化器
雾化室	旋流雾室	高频频率	27.12 MHz

## ■ 样品前处理

将玻璃纤维样品置于马弗炉中，700℃加热 2 h，冷却后取出。准确称取 0.1000 g 加热后的样品于聚四氟乙烯消解罐中，加入 1 mL HF+3 mL HCl，盖上盖子参考表 2 升温程序进行微波消解。消解完成后待冷却至室温，取出消解罐，置于电热板上赶酸至近干，转移至 50 mL 容量瓶中，加入 5% 硝酸定容至刻度线。过 0.45 μm 水系滤膜后收集滤液，上机测试。

表 2 微波消解升温程序

No	时间 (min)	温度
1	30	室温 ~180°C
2	120	180°C

## ■ 结果与讨论

### 3.1 标准曲线和检出限

使用体积比 5% 的硝酸水溶液配制多元素标准溶液，标准溶液浓度见表 3。

表 3 多元素标准曲线浓度

元素	浓度 (mg/L)					
	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6
Ag	0.00	0.10	0.20	0.50	1.00	2.00
*Ba	0.00	0.10	0.20	0.50	1.00	2.00
Be	0.00	0.10	0.20	0.50	1.00	2.00
Cd	0.00	0.10	0.20	0.50	1.00	2.00
Co	0.00	0.10	0.20	0.50	1.00	2.00
Cr	0.00	0.10	0.20	0.50	1.00	2.00
Cu	0.00	0.10	0.20	0.50	1.00	2.00
Ga	0.00	0.10	0.20	0.50	1.00	2.00
In	0.00	0.10	0.20	0.50	1.00	2.00
Mn	0.00	0.10	0.20	0.50	1.00	2.00
Ni	0.00	0.10	0.20	0.50	1.00	2.00
Pb	0.00	0.10	0.20	0.50	1.00	2.00
Se	0.00	0.10	0.20	0.50	1.00	2.00
V	0.00	0.10	0.20	0.50	1.00	2.00
Zn	0.00	0.10	0.20	0.50	1.00	2.00

注：\* 表示使用径向观测，其余为轴向观测。

部分元素标准曲线见图 1- 图 2。

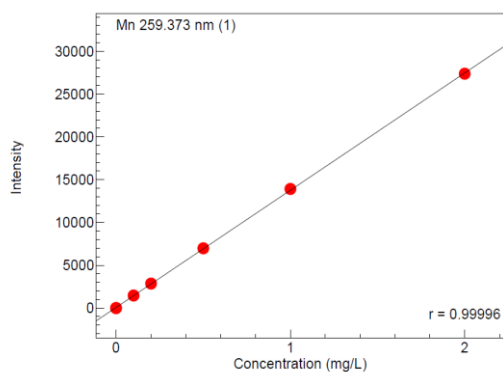


图 1 锰 (Mn) 标准曲线

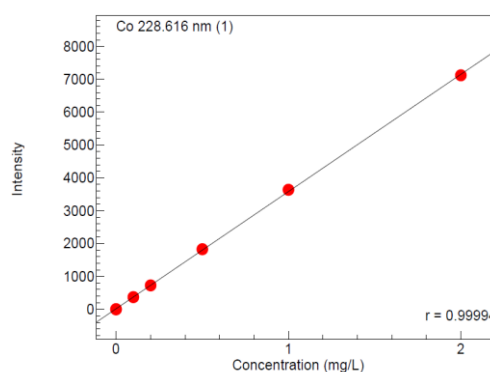


图 2 钴 (Co) 标准曲线

使用样品空白溶液测定 7 次，分别以样品空白浓度的 3 倍和 10 倍标准偏差 (SD) 计算检出限和定量限。按照样品称样量 0.1000 g，定容体积 50 mL，计算得到该方法的检出限和定量限，结果见表 4。

表 4 方法检出限及定量限

元素	波长 (nm)	观测方向	方法检出限 (mg/kg)	方法定量限 (mg/kg)
Ag	328.068	轴向	0.8	2.6
Ba	233.527	径向	13.5	45.0
Be	234.861	轴向	0.1	0.3
Cd	228.802	轴向	0.2	0.6
Co	228.616	轴向	0.3	1.1
Cr	206.149	轴向	0.8	2.5
Cu	327.396	轴向	0.8	3.0
Ga	294.364	轴向	3.0	10.5
In	303.936	轴向	10.5	34.5
Mn	259.373	轴向	0.1	0.4
Ni	221.647	轴向	0.4	1.1
Pb	220.353	轴向	4.0	13.5
V	292.402	轴向	0.3	1.0
Zn	213.856	轴向	0.5	2.0

### 3.2 样品结果

对处理后的玻璃纤维样品进行测定，测定结果见表 5。

表 5 玻璃纤维实际样品测定及加标回收结果

元素	测定浓度 (mg/L)	样品含量 (mg/L)	加标浓度 (mg/L)	加标回收率 (%)	RSD (% , n=3)
Ag	0.013	6.5	0.1	96.4	0.45
			0.2	95.2	0.54
Ba	0.166	83	0.1	95.0	0.46
			0.2	99	2.49
Be	0.001	0.5	0.1	93.7	2.99
			0.2	91.8	0.23
Cd	N.D.	N.D.	0.1	97.0	0.10
			0.2	96.0	0.19
Co	0.019	9.5	0.1	90.6	0.77
			0.2	89.3	0.52
Cr	0.040	20	0.1	92.0	1.60
			0.2	90.5	1.54
Cu	0.088	44	0.1	99.8	1.59
			0.2	96.9	0.06

Ga	N.D.	N.D.	0.1	99.1	2.95
			0.2	95.5	2.50
In	N.D.	N.D.	0.1	102	3.71
			0.2	101	1.74
Mn	0.086	43	0.1	90.0	0.13
			0.2	90.5	0.21
Ni	0.014	7	0.1	90.5	0.45
			0.2	87.8	1.67
Pb	0.022	11	0.1	88.8	1.21
			0.2	88.4	0.24
V	0.068	34	0.1	92.0	0.42
			0.2	91.5	0.94
Zn	0.023	11.5	0.1	96.5	0.23
			0.2	95.25	0.14

注：N.D. 表示未检出。

## ■ 结论

本文参考《玻璃纤维及原料化学元素分析方法 电感耦合等离子体发射光谱法（征求意见稿）》对玻璃纤维样品进行样品前处理，使用岛津 ICPE-9820 型电感耦合等离子体发射光谱仪对玻璃纤维样品中杂质元素含量进行测定，该方法线性良好，测试准确度高（回收率 87.8%~102% 之间），精密度好（RSD<3.71%），满足玻璃纤维中杂质元素含量测定要求。

岛津应用云

