

ICP-OES 测定工业硅中杂质元素的含量

ICP-175

摘要： 本文参考 GB/T 14849.4-2014 《工业硅化学分析方法 第 4 部分：杂质元素含量的测定电感耦合等离子体原子发射光谱法》，采用湿法消解工业硅粉样品，利用岛津电感耦合等离子体发射光谱仪 ICPE-9820 测定了样品中杂质元素的含量。分析结果表明，各元素的方法检出限为 0.004 mg/kg ~ 6 mg/kg；仪器精密度优良，RSD 值小于 1.30% (n=6)；样品加标回收率为 96.0%~110%。该方法灵敏度高，精密度优良，适用于工业硅粉中杂质元素含量的测定。

关键词： 电感耦合等离子体原子发射光谱法 工业硅 杂质元素

工业硅粉又称金属硅粉，是银灰色或暗灰色粉末，有金属光泽。其熔点高，耐热性能好，电阻率高，具有高度抗氧化作用，被称为“工业味精”，是很多高科技产业不可缺少的基础原材料。硅材料中 B、P、Cu、Fe 等都是极有害的杂质，因此，电子工业中对硅材料的纯度要求极高。

电感耦合等离子体原子发射光谱法 (ICP-AES) 以其测定元素范围广、线性分析范围宽、分析精密度高、

基体干扰小、分析速度快、可同时测多元素等众多优点而受到分析工作者青睐。

本文参考 GB/T 14849.4-2014 《工业硅化学分析方法 第 4 部分：杂质元素含量的测定电感耦合等离子体原子发射光谱法》，采用湿法消解工业硅粉样品，利用岛津电感耦合等离子体发射光谱仪 ICPE-9820 测定了工业硅粉中杂质元素的含量。

■ 实验部分

1.1 仪器设备

岛津 ICPE-9820 型电感耦合等离子体发射光谱仪。



图 1 岛津 ICPE-9820 型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/0.8 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	雾化器类型	同轴
雾化室	旋流雾室	高频频率	27.12 MHz

1.3 样品前处理

杂质元素溶液制备（除 B 外）：准确称取 0.25 g 样品于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中，用少许水润湿，加入 5~10 mL (1:1) 氢氟酸，分次加入 5~10 mL (1:1) 硝酸，待剧烈反应完成后，加入 1~2 mL 高氯酸，继续加热使样品溶解完全，待高氯酸白烟冒尽，取下冷却，加入 5 mL (1:1) 盐酸，用少许水清洗皿壁，加热使残渣完全溶解，冷却至室温，将溶液转移至 100 mL 塑料容量瓶中，用纯水定容至刻度，同法制备方法空白和样品加标溶液。

B 元素分析溶液制备：准确称取 0.30 g 样品于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中，用少许水润湿，加入 5~10 mL (1:1) 氢氟酸，分次加入 5~10 mL (1:1) 硝酸，待剧烈反应完成后，低温（低于 140°C）加热至尽干，取下冷却，加入 10 mL (1:1) 盐酸，用少许水清洗皿壁，水浴加热使残渣完全溶解，冷却至室温，将溶液转移至 50 mL 塑料容量瓶中，用纯水定容至刻度，同法制备方法空白和样品加标溶液。

1.4 标准溶液配制

用 2% 盐酸配制混合标液系列，Fe 元素浓度为 0、1.00、5.00、10.0 和 20.0 mg/L；其它元素浓度为 0、0.05、0.10、0.50、1.00 和 2.00mg/L。根据元素含量不同，线性浓度范围可进行适当调整。

■ 结果与讨论

2.1 标准曲线

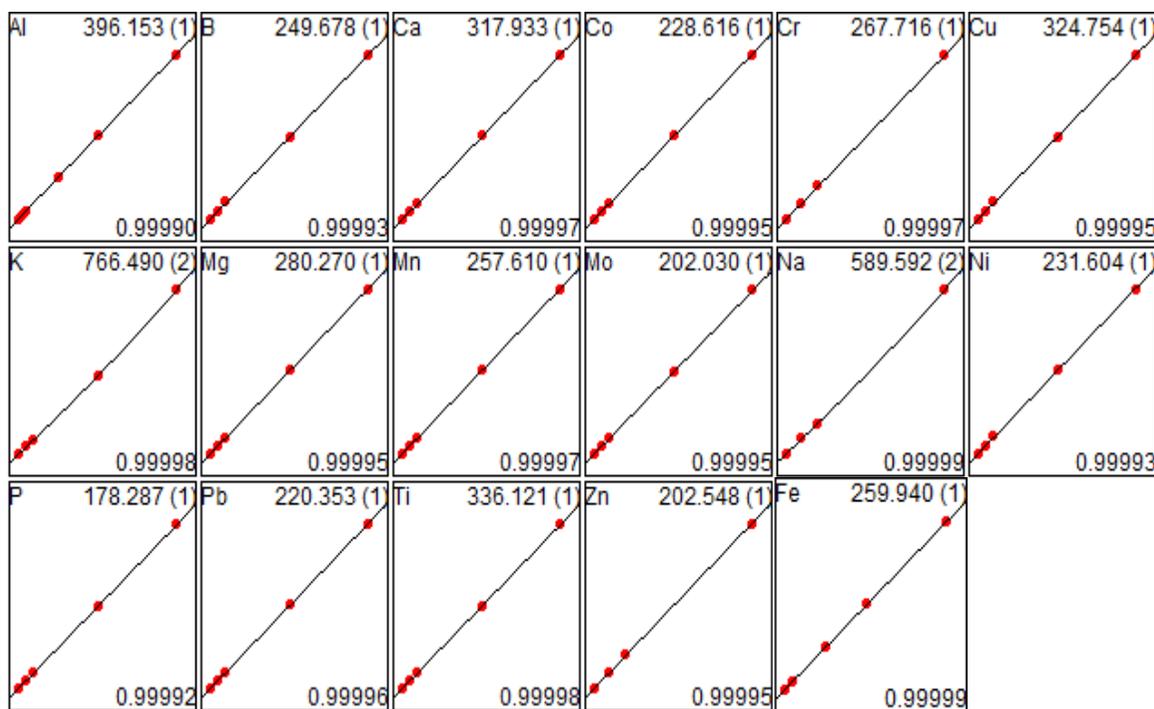


图 2 元素标准曲线

2.2 检出限

以方法空白溶液连续测定 10 次，以测定结果的 3 倍标准偏差及称样量和定容体积计算，得到该方法的检出限（MDL），各元素的检出限如表 2 所示。

表 2 方法检出限 (mg/kg)

元素	分析波长 (nm)	方法检出限	元素	分析波长 (nm)	方法检出限
Al	396.153 (1)	2	Mn	257.610 (1)	0.03
B	249.678 (1)	0.4	Mo	202.030 (1)	0.3
Ca	317.933 (1)	0.3	Na	589.592 (2)	0.2
Co	228.616 (1)	0.3	Ni	231.604 (1)	0.2
Cr	267.716 (1)	0.3	P	178.287 (1)	6
Cu	324.754 (1)	0.2	Pb	220.353 (1)	3
Fe	259.940 (1)	3	Ti	336.121 (1)	0.07
K	766.490 (2)	0.3	Zn	202.548 (1)	0.2
Mg	280.270 (1)	0.004			

备注：(1) 功率为 1.2 kW；(2) 功率为 0.8 kW。

2.3 分析结果

按照样品前处理程序，对工业硅粉样品进行分析测定，分析结果见表 3。同时对样品进行样品加标回收率实验，加标回收率为 96.0%-110% 之间，每份加标样品测定 6 次，RSD 值小于 1.30%，仪器精密度优良。

表 3 分析结果及加标回收率

分析元素	样品分析结果 (mg/L)	RSD (n=3, %)	样品含量 (mg/kg)	加标量 (mg/L)	加标后测定结果 (mg/L)	RSD (n=6, %)	回收率 (%)
Al	0.87	0.89	362	0.50	1.35	0.48	96.0
B	0.14	0.29	23.1	0.10	0.24	0.34	100
Ca	0.38	1.10	168	0.50	0.86	0.30	96.0
Co	0.018	2.11	7.35	0.10	0.12	0.71	102
Cr	0.032	0.90	13.1	0.10	0.13	0.73	98.0
Cu	0.14	1.07	57.8	0.10	0.25	1.22	110
Fe	7.39	0.20	0.308*	10.0	17.1	0.29	97.1
K	0.005	1.20	2.10	0.10	0.11	0.71	105
Mg	0.007	0.74	3.90	0.10	0.11	0.46	103
Mn	0.18	1.17	76.0	0.10	0.29	0.41	110
Mo	0.011	5.22	4.75	0.10	0.11	0.55	99.0
Na	0.009	0.62	4.30	0.10	0.11	0.46	101
Ni	0.28	0.98	117	0.10	0.39	0.69	110
P	0.054	13.4	22.6	0.50	0.54	1.11	97.2
Pb	N.D.	--	--	0.10	0.11	1.30	110
Ti	0.46	1.01	190	0.50	0.96	0.64	100
Zn	0.004	0.50	1.55	0.10	0.11	0.64	106

1、* 代表 % 含量；2、N.D. 代表未检出。

■ 结论

本文采用湿法消解工业硅粉样品，利用岛津电感耦合等离子体发射光谱仪 ICPE-9820 测定了工业硅粉中杂质元素的含量。该方法灵敏度高，精密度好，线性范围宽，可快速准确测定批量工业硅粉中杂质元素的含量。

岛津应用云

