

ICP-OES 法测定碳化硅粉末中的微量元素含量

ICP-169

摘要：参考 GB/T 37254-2018《高纯碳化硅 微量元素的测定》，使用岛津 ICPE-9820 型电感耦合等离子体发射光谱仪 (ICP-OES) 分析了碳化硅中多种重金属元素的含量。分析结果显示，该方法各元素检出限为 0.005~27.125 mg/kg；相对标准偏差 (RSD) 0.13%~5.51%，重复性良好，样品加标回收率为 90.1%~106%，该方法适用于碳化硅中多元素含量的测定。

关键词：ICP-OES 碳化硅 微量元素

碳化硅由于化学性能稳定、导热系数高、热膨胀系数小、耐磨性能好，是高级耐火材料，耐热震、体积小、重量轻而强度高，节能效果好。高纯度的碳化硅单晶，可用于制造半导体、碳化硅纤维，用做太阳能光伏产业、半导体产业、压电晶体产业工程性加工材料，被称为“第三代半导体”。

目前，我国对碳化硅中成分含量进行检测主要依据 GB/T 3045-2017《普通磨料 碳化硅化学分析方法》和 GB/T37254-2018《高纯碳化硅 微量元素的测定》这

两个标准。在这两个标准中，多元素同时分析均采用了电感耦合等离子体发射光谱法。电感耦合等离子体发射光谱法 (ICP-OES) 具有测定元素范围广、线性范围宽、精密度高、多元素测定分析速度快等优点。

本文参考 GB/T 37254-2018《高纯碳化硅 微量元素的测定》使用岛津电感耦合等离子体发射光谱仪 (ICPE-9820) 测定了碳化硅粉末中铅、汞、铬、砷等 15 种元素的含量。

■ 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 实验器皿及试剂

实验所用器皿均使用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后，用超纯水冲洗，干燥后备用；实验所用硝酸、硫酸和氢氟酸纯度为优级纯，实验用水为超纯去离子水。

1.3 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	同轴雾化器
雾化室	旋流雾化室	高频频率	27.12 MHz

■ 样品前处理

样品经 105℃烘箱干燥 3 小时，准确称取 0.2 g (精确至 0.0001 g) 于聚四氟乙烯内罐中，加入 5 mL 硝酸，8 mL 氢氟酸，然后缓缓加入 5 mL 硫酸。盖上内盖后，放入不锈钢外套内，盖好外盖，旋紧中心螺丝后，放入电热烘箱中 240℃加热 16 h。待冷却后，旋开中心螺丝，打开外罐，取出内罐，将溶液转移至铂金蒸发皿中，用去离子水清洗内罐三次，洗液并入蒸发皿中。将铂金皿置于电热板上加热，至不再有硫酸白烟冒出。冷却后，加入 2.5 mL 硝酸和少量水。残渣加热溶解后转移至 25 mL 容量瓶中，蒸发皿清洗三次洗液并入容量瓶中，加水稀释至刻度。同法制备空白样品和加标样品。

■ 结果与讨论

3.1 标准曲线和轮廓图

使用 10% 的硝酸配制 Al、As、Ca、Cr、Cu、Fe、K、Na、Mg、Mn、Ni、Pb、Ti 和 Zn 的混合标准溶液；使用汞标准稳定剂（Au 元素含量为 1 mg/L 的 2% 硝酸溶液）单独配制系列浓度为 0、0.05、0.1、0.5、1.0、2.0 mg/L 的汞元素标准溶液。标准曲线浓度可以根据样品含量进行适当调整，部分元素标准曲线图和谱峰轮廓图如下图：

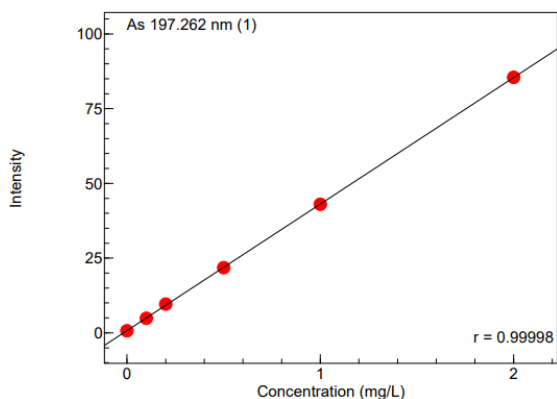


图 1 砷 (As) 标准曲线 $r=0.99998$

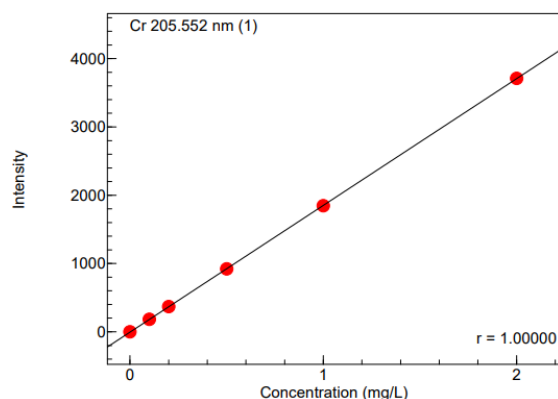


图 2 铬元素 (Cr) 标准曲线 $r=1.00000$

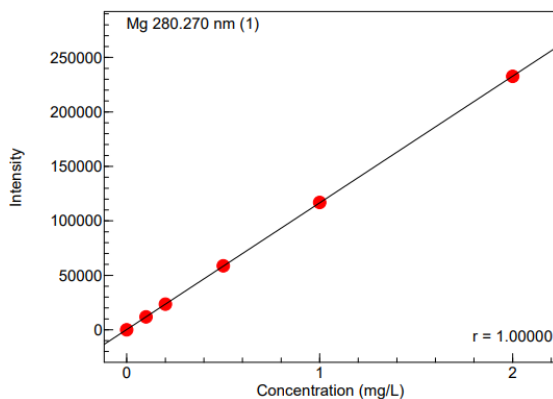


图 3 镁 (Mg) 标准曲线 $r=1.00000$

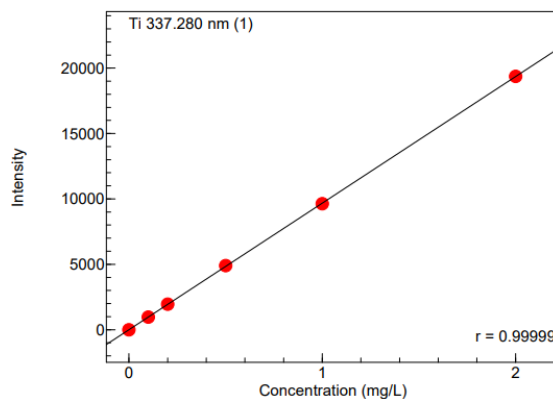


图 4 钛 (Ti) 标准曲线 $r=0.99999$

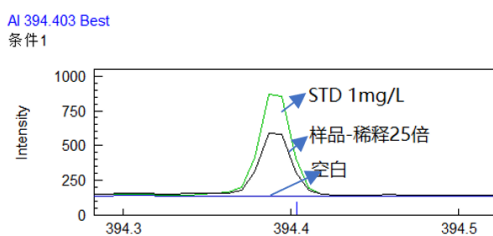


图 5 铝 (Al) 轮廓图

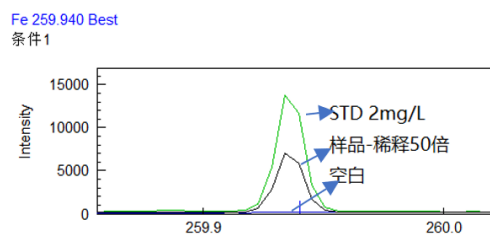


图 6 铁 (Fe) 轮廓图

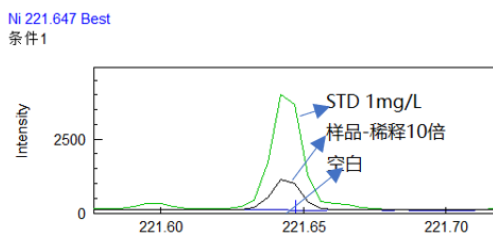


图 7 镍 (Ni) 轮廓图

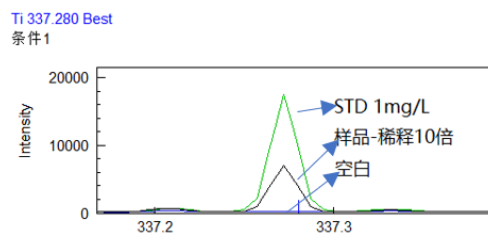


图 8 钛 (Ti) 轮廓图

3.2 检出限

以样品空白溶液连续测定 10 次, 采用轴向观测模式检测各元素信号, 计算仪器检出限 (IDL), 按照称量 0.2 g 定容至 25 mL 计算得到该方法的检出限 (MDL), 各元素检出限为 0.005~27.125 mg/kg, 详细结果见 2。

表 2 检出限

元素	波长 (nm)	IDL (mg/L)	MDL (mg/kg)	元素	波长 (nm)	IDL (mg/L)	MDL (mg/kg)
Al	394.403	0.007	0.875	Mg	279.553	0.00004	0.005
As	197.262	0.037	4.625	Mn	257.610	0.0001	0.0125
Ca	422.673	0.003	8.375	Na	589.592	0.022	2.75
Cr	205.552	0.001	12.125	Ni	221.647	0.003	0.375
Cu	324.754	0.002	15.875	Pb	220.353	0.004	0.5
Fe	259.940	0.003	19.625	Ti	337.280	0.0003	0.0375
Hg	184.950	0.002	23.375	Zn	206.200	0.0005	0.0625
K	766.490	0.135	27.125				

3.3 样品结果

将处理后的样品直接上机测定, 并进行加标回收实验, 加标回收率 90.1%~106%, 测定结果见表 3。

表 3 碳化硅样品测试结果

元素	测试结果 (mg/L)	RSD(%) (n=3)	样品结果 (%)	加标量 (mg/L)	回收率 (%)
Al	0.647	1.00	0.197	0.500	96.6
As	N.D.	-	N.D.	0.100	105
Ca	1.06	0.47	0.648	0.500	94.0
Cr	0.113	0.48	0.033	0.500	100
Cu	0.227	0.18	0.005	0.100	91.0
Fe	1.88	0.13	0.574	0.500	94.0
Hg	N.D.	-	N.D.	0.500	90.1
K	1.05	2.61	0.013	0.500	106
Mg	0.095	0.18	0.029	0.500	98.3
Mn	0.162	0.69	0.004	0.100	100
Na	0.040	1.26	0.042	0.500	90.7
Ni	0.100	0.34	0.030	0.500	101
Pb	0.027	5.51	0.0007	0.100	100
Ti	1.87	0.82	0.046	0.100	90.6
Zn	0.077	1.76	0.002	0.100	91.7

N.D.: 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分析了碳化硅中多种元素含量, 该方法灵敏度高, 分析稳定性好, 一次进样多元素同步分析, 工作效率高。ICPE-9820 垂直炬管设计, 可有效降低样品残留和防止炬管积碳积盐, ICPEsolution 操作软件在测试结束后可后添加元素及波长, 自动推荐最佳波长功能, 缩短数据处理时间, 提高测试效率和分析结果的准确性。

岛津应用云



岛津企业管理(中国)有限公司 – 分析中心
 Shimadzu (China) Co., LTD. – Analytical Applications Center