

# ICPMS-2030 测定二氧化硅中多种金属杂质元素的含量

## ICPMS-049

**摘要：**本文采用了岛津 ICPMS-2030 型电感耦合等离子体质谱仪测定了二氧化硅样品中的 Ce、Co、Cr、Cu、Fe、Mn 及 Ni 等 7 种金属元素。实验结果表明，该方法具有灵敏度高，检出限低 (0.20~8.89  $\mu\text{g}/\text{kg}$ )，精密度高 ( $\text{RSD}\leq 2.15\%$ )，分析速度快，操作简单，加标回收率在 98.6~108.0%，该方法可适于二氧化硅样品的金属杂质元素测定。

**关键词：**二氧化硅 ICPMS-2030 金属杂质元素

二氧化硅是制造玻璃、耐火材料、光导纤维、电子工业材料以及适应玻璃、镜片、光学仪器等的原料。仪器加工生产的水晶粉、水晶砖、石英砂和硅微粉等产品，用于不同目的时，对其微量杂质元素的含量有不同的要求，通常必须严格控制。目前采用的国家标准分析方法包含了化学分析法、原子吸收光谱法等，但都具有操作麻烦，耗时多，仪器精密度灵敏度达不到要求等缺点。

电感耦合等离子体质谱法 (ICP-MS) 能同时测定多种金属元素含量，具有较高的灵敏度和较低的检出限，在痕量金属含量的测定方面具有较大优势。

本文用硫酸 - 氢氟酸溶样，在盐酸介质中用岛津新品电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2030 测定二氧化硅中的微量杂质元素，获得了较满意的分析结果。

## 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪

### 1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿分别为塑料或玻璃材质，使用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用试剂为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

### 1.3 样品的前处理

称取 1.0 g (精确至 0.0001 g) 试样，用少量水浸润，加 10 mL 氢氟酸，再加 5 滴硫酸 (1+1)，加热至样品溶至尽干，如果样品为溶解完全，再重复一次。冷却后加入 2 mL 盐酸 (1+1)，加热至样品溶解清亮后，转移至 50 mL 容量瓶定容，去离子水定容，同时做空白试样。

### 1.4 仪器参数

等离子体参数：

高频功率：1.2 kW

辅助气流速：1.1 L/min

炬管类型：Mini

雾化室：旋流

采样深度：5.0 mm

等离子体气流速：8.0 L/min

载气流速：0.7 L/min

雾化器类型：同心

雾室温度：5 $^{\circ}\text{C}$

高频频率：27.12 MHz

碰撞池参数：

碰撞气种类：He

池电压：-21 V

碰撞气流速：6.0 mL/min

能量过滤器电压：7.0V

## ■ 结果与讨论

### 2.1 标准曲线溶液配制

使用 1% 盐酸配制 Ce、Co、Cr、Cu、Fe、Mn 及 Ni 的标准溶液 (含 100 μg/L 的内标 Ge、Sc、In)。配制浓度如表 2 所示。

表2 标准溶液浓度及分析质量数

元素	质量数 (amu)	标准曲线浓度(μg/L)						
		Blank	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6
Ce*	142	μg/L	0.00	0.50	1.00	5.00	10.0	50.0
Co*	59	μg/L	0.00	0.50	1.00	5.00	10.0	50.0
Cr*	52	μg/L	0.00	0.50	1.00	5.00	10.0	50.0
Cu*	65	μg/L	0.00	0.50	1.00	5.00	10.0	50.0
Fe*	56	μg/L	0.00	0.50	1.00	5.00	10.0	50.0
Mn*	55	μg/L	0.00	0.50	1.00	5.00	10.0	50.0
Ni*	60	μg/L	0.00	0.50	1.00	5.00	10.0	50.0

注：\*为使用氦气碰撞模式

### 2.2 元素标准曲线如下：

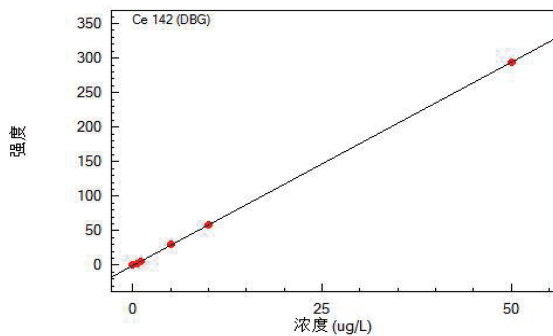


图1 Ce元素标准曲线 r=1.0000

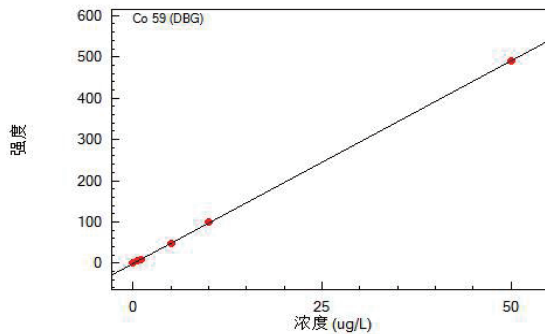


图2 Co元素标准曲线 r=1.0000

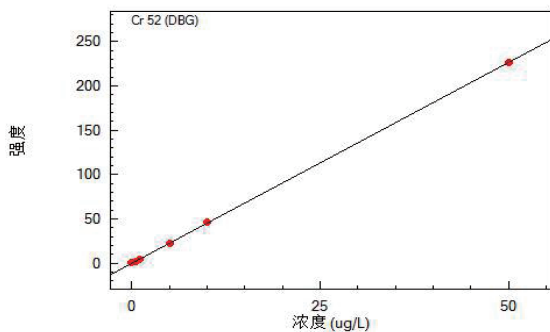


图3 Cr元素标准曲线 r=1.0000

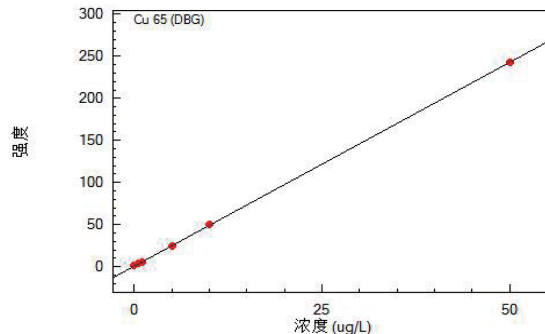


图4 Cu元素标准曲线 r=1.0000

### 2.3 部分元素质量轮廓图

质谱分析存在着同量异位素干扰、多原子离子干扰、难熔氧化物干扰、双电荷离子干扰和基体干扰等多种类型的干扰因素。ICPMS-2030 的八极杆碰撞池通过引入氦气碰撞，可以有效地消除干扰。当分析结果异常，需要经验去识别甄选时，岛津 LabSolutions ICPMS 软件具有独特的“诊断助手”功能，可根据各元素的质量灵敏度、等效背景浓度、干扰情况等因素综合判断，对结果做出“Best”，“Good”和“NG”的判断，并给出相应的诊断依据，可大大提高分析效率并保证分析结果的准确。

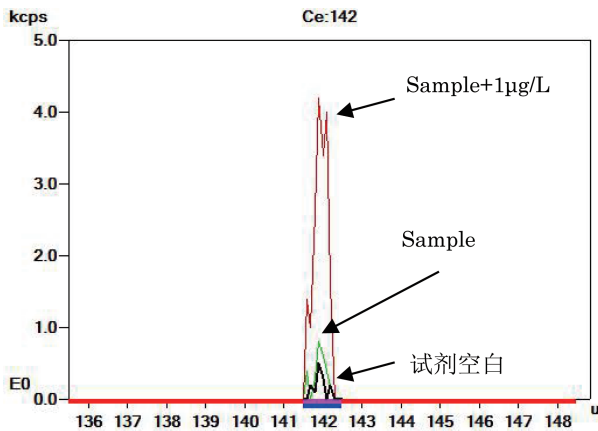


图5 Ce元素质量轮廓图

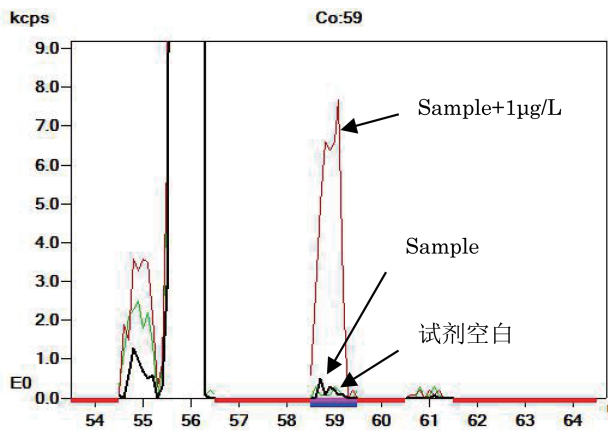


图6 Co元素质量轮廓图

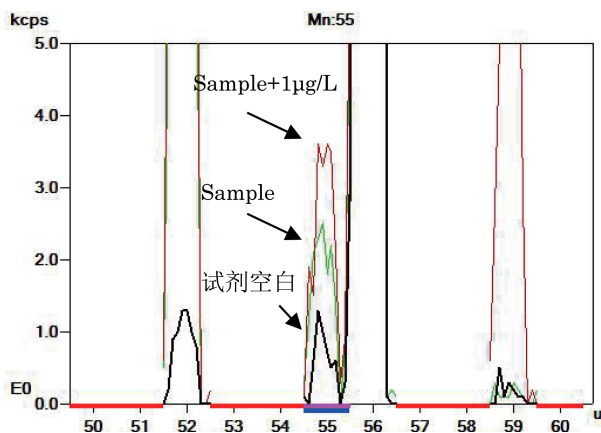


图7 Mn元素质量轮廓图

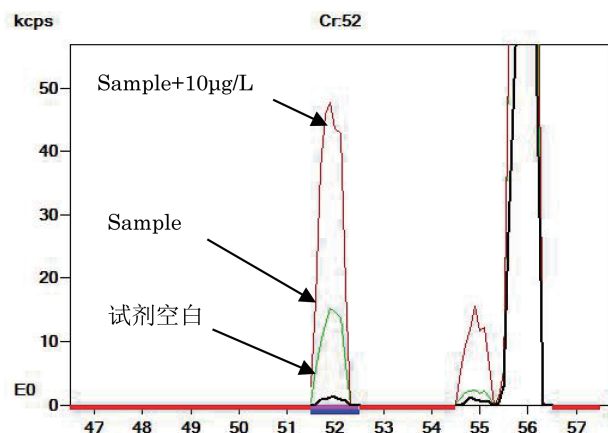


图8 Cr元素质量轮廓图

### 2.4 样品分析及检出限

对样品空白的分析元素进行 11 次测定，计算各元素的方法检出限，同时做加标实验。实验结果见表 3。

表3 二氧化硅样品分析结果

元素	校正 内标	检出限 (µg/kg)	检测浓度 (µg/L)	测定结果 (µg/g)	加标浓度 (µg/L)	加标回收 率 (%)	RSD(%) (n=3)
Ce	115In	0.27	ND	ND	1.0	99.4	0.05
Co	72Ge	0.20	ND	ND	1.0	98.6	0.14
Cr	45Sc	0.87	4.504	225.2	10.0	98.7	0.68
Cu	72Ge	0.45	1.9	95	1.0	106.0	1.33
Fe	45Sc	8.89	16.4	820	10.0	101.0	1.15
Mn	45Sc	0.73	1.27	63.5	1.0	108.0	0.69
Ni	72Ge	1.56	0.9613	48.065	1.0	101.5	2.15

注：ND为未检出

## ■ 结论

使用岛津公司电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2030 同时测定了二氧化硅样品中的 Ce、Co、Cr、Cu、Fe、Mn 及 Ni 等 7 种金属元素。分析结果加标回收率良好。实验结果表明,该方法具有灵敏度高,检出限低 (0.20~8.89  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ),精密度高 ( $\text{RSD}\leq 2.15\%$ ),分析速度快,操作简单,加标回收率在 98.6~108.0%,该方法可适于二氧化硅样品的金属元素测定。