

# 岛津应用数据集

## ICP-AES 石英砂中常见金属元素的含量

### 1 实验部分

#### 1.1 仪器

岛津 ICPE-9000 全谱发射光谱仪

#### 1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿均为玻璃制品；实验所用酸均为优级纯试剂，校准曲线用标准溶液为百灵威化学技术公司生产的原子吸收用单元素标准溶液。实验用水为超纯去离子水。

#### 1.3 校准曲线的配制

配制 Al、Ca、Fe、Na、Li 和 K 六种金属元素的混合标准溶液 (见表 1)。



表 1：校准曲线标准系列 (mg/L)

元素 Element	1	2	3	4	5
Al	0.00	0.02	0.5	1.00	3.00
Ca	0.00	0.02	0.5	1.00	3.00
K	0.00	0.02	0.5	1.00	3.00
Na	0.00	0.02	0.5	1.00	3.00
Li	0.00	0.05	0.5	1.00	3.00
Fe	0.00	0.02	0.5	1.00	3.00

#### 1.4 样品的前处理

将试样研磨细以能通过孔径为 0.08 mm 的筛为准密封存于磨口广口瓶中试样在恒温干燥箱中于 100~108 °C 烘干 1 小时以备称量之用称取约 0.5 g 试样于铂皿中用水润湿加 1.0 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1+1 和 HF 5~8 mL 于低温电炉上蒸发至冒出 SO<sub>3</sub> 白烟重复处理一次逐渐升高温度驱散尽 SO<sub>3</sub> 白烟为止冷却加 HCl 1+1 10 mL 及适量水加热溶解冷却后，移入 50 mL 容量瓶，用水稀释至刻度线。

## 2 结果与讨论

#### 2.1 仪器参数和分析线的选择

ICPE-9000 仪器工作参数：高频频率：27.12 MHz，高频输出功率：1.4 Kw。同心雾化器，旋流雾室。冷却气流速 20 L/min，等离子气流速 1.4 L/min，载气流速 0.4 L/min。观测方向：纵向。

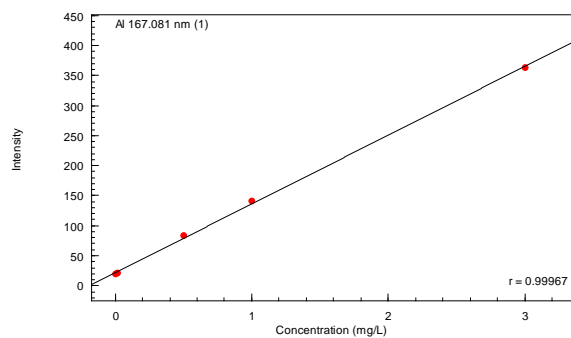
岛津 ICPE-9000 软件 [ 助手功能 ] 可自动进行测定元素的波长选择，选择共存元素谱线干扰小，检出限和信背比高的谱线 (见表 2)

表 2：分析线波长

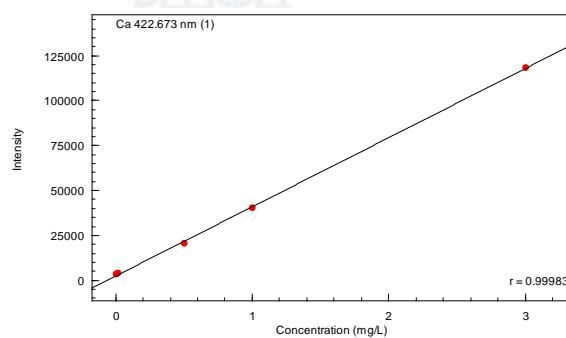
元素	Al	Ca	K	Na	Fe	Li
波长 (nm)	167.081	422.673	766.490	589.592	238.204	610.364

## 2.2 标准曲线

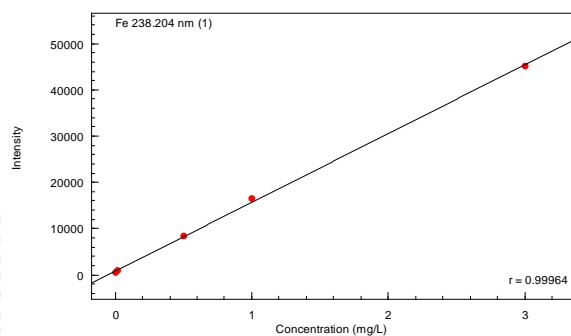
Al、Ca、Fe、Na、Li 和 K 六种重金属元素的标准曲线如下：



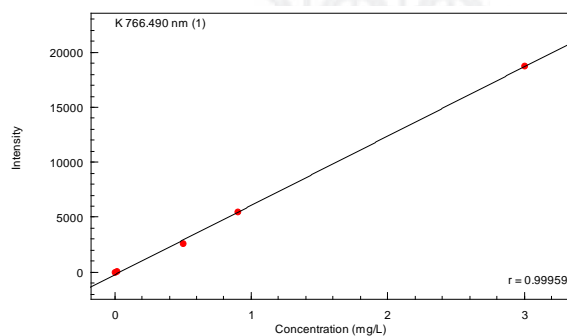
R=0.99967  
1-1 铝的标准曲线



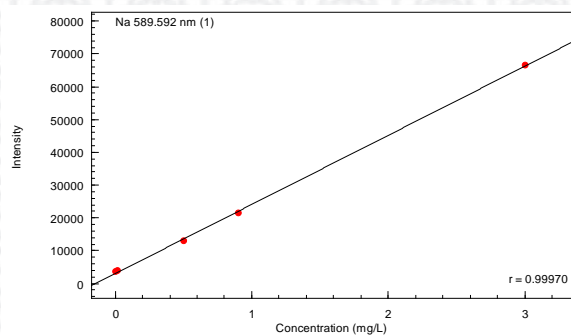
R=0.99983  
1-2 钙的标准曲线



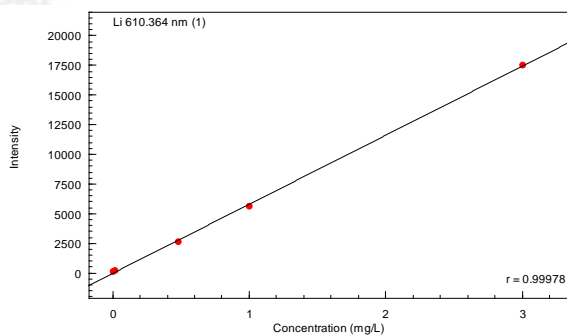
R=0.99983  
1-3 铁的标准曲线



R=0.99959  
1-4 钾的标准曲线



R=0.99970  
1-5 钠的标准曲线



R=0.99978  
1-6 锂的标准曲线

2.3 方法的检出限与精密度 (RSD%)

检出限与仪器的性能、样品的基体、元素的灵敏度等都有密切关系。对空白标准溶液（硝酸 - 双氧水）的分析元素进行 10 次测定，取 3 倍的空白标准偏差所对应的浓度即为各元素的检出限，其结果见表 3。

表 3：检出限及精密度

μg/L						
元素	Ca	Al	K	Na	Li	Fe
检出限	0.21	2.70	1.20	2.10	0.90	0.90
RSD(%)	0.31	3.24	0.85	1.50	1.32	0.64

2.4 测定结果

表 4：样品测定结果 (n=3)

mgKg						
样品名称	Ca	Al	K	Na	Li	Fe
1#	1.99	5.98	1.99	1.98	0.97	2.93
2#	2.00	5.96	1.98	2.97	0.98	2.96
3#	6.02	164.00	3.86	10.07	6.97	0.98
4#	7.96	168.00	4.02	10.09	7.07	1.01

3 结论

本实验采用 ICP-AES 法测定了 ICP-AES 法同时测定石英砂中的 Al、Ca、Fe、Na、Li 和 K，试样用 HF 和 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 加热分解，HCl 溶解盐类。试样的处理只需一次便可做多元素的分析。测定结果准确、快速，相对偏差小，在操作上更易掌握。适用于太阳能光伏产业的质量检测。