

## 解决方案|ICP-OES 法测定氮化硅中铁元素含量

氮化硅 ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ )，一种新型耐火材料，它具有高密度、耐腐蚀和耐高温等特点，广泛应用于冶金工业、机械工业、半导体、航空、原子能工业及医疗器械行业。研究发现，氮化硅的高温性能等特性随着某些金属微量金属元素含量的减少而明显改善，所以对其中的微量金属如铁 (Fe) 进行准确的分析有着重要的意义。

一般测定微量金属元素含量的方法有原子吸收法、电感耦合等离子体发射光谱法、电感耦合等离子体质谱法等。电感耦合等离子体发射光谱法因具有检测限低、精密度好、准确度高且可同时测定多个元素等优点，而得到分析工作者的青睐。本文利用 ICP-7760HP 型全谱直读电感耦合等离子体发射光谱仪 (ICP-OES) 建立氮化硅粉末材料中铁元素的含量的方法，可供相关分析人员参考。

### 实验部分

#### 仪器与试剂

ICP-7760HP 型全谱直读电感耦合等离子体发射光谱仪；

微波消解仪；

硫酸；

氢氟酸；

硝酸；

Fe 标准物质。

### 实验条件

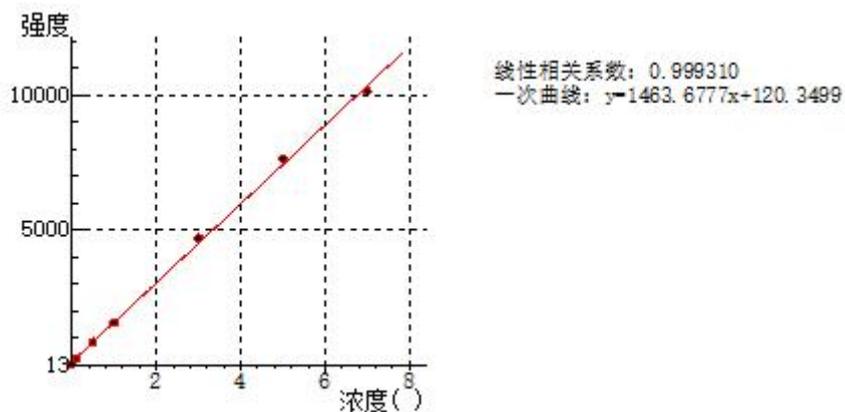
元素	波长 (nm)	RF功率 (w)	载气流量 (L/min)	辅气流量 (L/min)	等离子气 (L/min)	PMT电压 (V)
Fe	259.9400	1000	0.80	0.00	13.4	200

### 样品前处理

称 0.2 g 样品（精确至 0.0001g）于微波消解罐中，加少量纯水润湿，依次缓慢加入 9mL 氢氟酸，1 mL 硝酸，按照设定的升温程序进行微波消解，消解完成冷却后，转移至聚四氟乙烯罐中，加入 2mL 硫酸进行赶酸，样品定容至 25mL。

### 实验结果

#### 标准曲线



浓度 mg/L	0	0.1000	0.5000	1.0000	3.0000	5.0000	7.0000
峰强度	12.667	239.667	835.000	1569.500	4698.333	7634.500	10149.833

## 样品测试

样品称取两份，按照前处理方法进行操作，进行平行性实验，从标准曲线中计算样品的浓度，然后计算转换成样品中的含量。

Fe 元素	浓度 (mg/L)	样品中含量 (mg/kg)	测试结果 (mg/kg)
平行 1	1.2305	1435.4525	1448.1
平行 2	1.1995	1460.7166	

## 实验总结

本文建立了利用 ICP-OES 测定氮化硅中铁元素含量的方法。本文通过对氮化硅样品微波消解、浓硫酸除硅，然后采用标准曲线法，在 ICP-OES 上直接测定 Fe 元素的含量。实验结果表明，该方法检测下限低、精密度好、结果准确度高等优点，是一种适宜的分析方法。在实验样品前处理过程中，需要注意消解的程度及浓硫酸除 Si 的效果（Si 的存在可严重干扰 Fe 测试的结果）。