

解决方案|GBC Quantima 电感耦合等离子体发射光谱仪测定材料中的镓、铁、硫、钒、铜、钙、镁、铝、锌含量

金属元素的测定一般有滴定法、分光光度法、原子吸收光谱法、电感耦合等离子体发射光谱法和电感耦合等离子体质谱法等分析方法。其中滴定法、分光光度法、原子吸收光谱法这些常规分析方法，只能进行金属单元素测定，分析速度慢，且分析过程较为复杂，往往不能满足快速高效的分析测定要求；电感耦合等离子体质谱法，因其仪器价格昂贵、分析成本高等原因，亦不能得到广泛的普及应用。而电感耦合等离子体发射光谱法具有灵敏度高、检出限低、干扰、线性范围宽等优点，在冶金、环境、食品、农业等各行各业得到了广泛的应用。

电感耦合等离子体发射光谱法的测试原理是利用氩等离子体产生的高温使试样完全分解形成激发态的原子和离子，由于激发态的原子和离子不稳定，外层电子会从激发态向低的能级跃迁，因此发射出特征的谱线。通过光栅等分光后，利用检测器检测特定波长的强度，光的强度与待测元素浓度成正比。本文利用 GBC Quantima 电感耦合等离子体发射光谱仪,建立了测定半导体生产工艺过程中溶液及材料中镓、铁、硫、钒、铜、钙、镁、铝、锌等元素含量的方法，供相关人员参考。

## 实验部分

### 仪器与试剂

GBC Quantima 电感耦合等离子体发射光谱仪；

硝酸；

硫酸；

氢氟酸；

镓、铁、钒、铜、钙、镁、铝、锌、硫标准物质。

实验条件

El	nm	Power (W)	Neb (L/min)	Height (mm)	Plasma (L/min)	Aux (L/min)	PMT (V)	Pump (RPM)	Int (s)	Bkgd Corr
Ca	393.366	1000	0.80	3.0	10.0	0.5	10	400	0.50	Dyn
Fe	259.940			3.0				400		
Mg	279.553			3.0				400		
Zn	213.856			8.0				600		
Cu	324.754			8.0				600		
V	310.230			8.0				600		
Ga	417.206			5.0				800		
Al	394.401		3.0	600						
S	182.034	1.0	5.0	800						

## 样品前处理

分别取五种的上清液稀释一定倍数后直接进行上机检测。

## 实验结果

### 标准曲线

按下表配置九种元素的标准溶液，依次按照实验条件上机测试，绘制标准曲线。

元素	浓度 (mg/L)					
Ca	0.00	0.50	1.00	3.00	5.00	10.00
Fe	0.00	0.50	1.00	3.00	5.00	10.00
Mg	0.00	0.50	1.00	3.00	5.00	10.00
Zn	0.00	0.50	1.00	3.00	5.00	10.00
Cu	0.00	0.50	1.00	3.00	5.00	10.00
V	0.00	0.50	1.00	3.00	5.00	10.00
Ga	0.00	0.50	1.00	3.00	5.00	10.00
Al	0.00	0.50	1.00	3.00	5.00	10.00
S	0.00	10.00	30.00	50.00	70.00	100.00

Ca 的标准曲线

### 样品测试

将处理好的样品按照实验条件取适量上机检测，同时做平行性实验，检测结果如

下：

单位：mg/kg (ppm)

元素	样品 1	样品 2	样品 3	样品 4	样品 5
<b>Ca</b>	5.197	21.87	8.966	0.5653	1.278
<b>Fe</b>	2.889	0.0623	2.607	0.4397	0.1943
<b>Mg</b>	0.0216	0.0221	0.1147	0.0123	0.0208
<b>Zn</b>	0.9916	0.1375	0.7228	1.819	1.867
<b>Cu</b>	0.0407	/	/	/	/
<b>V</b>	43.42	21.08	65.55	218.3	234.40
<b>Ga</b>	4796.00	1048.00	5423.00	222.60	82.89
<b>Al</b>	131.5	19.17	159.3	53230	49010
<b>S</b>	16290	37700	11760	3127.00	3296.00

注：“/”表示未检出

### 加标回收实验

实验中，对样品 2、样品 3 及样品 5 中的 Al 元素进行了加标回收实验。加标回收率分别为 116.8%、98.6%及 118%。

### 实验总结

本文建立了镓、铁、钒、铜、钙、镁、铝、锌、硫等元素 ICP 方法测定含量的方法。实验中确定了样品中各元素测量的适宜仪器条件，并通过测定样品的加标回收率，确定了实验方法的可靠性。实验结果表明：本方法具有操作简便、线性范围宽、准确度好、多元素同时测定等优点，可用于多种金属及非金属元素的快速分析。