

## Leeman Labs ICP-AES 测定硅粉中的微量杂质

### 1 仪器工作参数：

功率：1.1kw。

建议采用水平观测方式。

### 2 水和试剂：

2.1 水：自来水、三级水和一级水（按 GB 6682-92）。如有条件，可以选用优于一级水的超纯水（ $\geq 18\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ ）。以下提到的水，如无说明，均为一级水。以下提到的定容，均以一级水定容。

2.2 硝酸：优级纯或 MOS 级或 BV-Ⅲ级。通常应该再经亚沸蒸馏提纯。将一份浓硝酸与三份水混合，配制成 25%（V/V，下同）硝酸备用。用于清洗器皿的硝酸，杂质要求可以适当降低，例如 $\leq 0.5\text{mg/L}$ ，配制成 50%硝酸。

2.3 高氯酸：优级纯。

2.4 氢氟酸：高纯。通常应该再经亚沸蒸馏提纯。

### 3 器皿及清洗：

3.1 容量瓶：10、25、50、100mL 规格，PP 和玻璃材质。抽检。

3.2 PTFE 烧杯：50-100mL 规格。如有条件，选用 Pt 坩埚。

3.5 清洗：所有器皿先去污，自来水冲洗、三级水冲洗。再用 50%硝酸浸泡 24 小时或超声波清洗 10-20 分钟，再分别以三级水和一级水冲洗多次。Pt 坩埚通常用 25%盐酸煮沸 10 分钟，再分别以三级水和一级水冲洗多次。

4 标准溶液：

5 样品预处理：

称样 0.5000-2.5000g 于 PTFE 烧杯中，加入 5-15mL 氢氟酸，摇晃，低温 ( $\leq 120^{\circ}\text{C}$ ) 加热 30 分钟。稍冷却后缓慢滴加 25%硝酸直至样品全部溶解。加入 0.5mL 高氯酸， $220^{\circ}\text{C}$ 加热至冒尽白烟。稍冷却后，加入 2-5mL 25%硝酸和少量水，加热溶解残渣。冷却，定量转移，定容 10 或 25mL。