

ICP-AES 测定高岭土中多种化学元素的含量

实验仪器试剂

仪器：ICP-6810 全谱直读电感耦合等离子体发射光谱仪（上海美析仪器有限公司）

试剂：硝酸（分析纯） 氢氟酸（分析纯）；

盐酸（分析纯） 高氯酸（分析纯）；

无水碳酸钠（分析纯） 硼砂（分析纯）。

混合溶剂：一份质量的无水碳酸钠与一份质量的硼砂混匀研细，储存于磨口瓶中。实验室用水为去离子水。

校准标准溶液：通过对各元素国家标准溶液进行分取 稀释获得。

Al 校准标准溶液($\rho=500\mu\text{g/mL}$)。

Fe、Ti、K₂O 校准标准溶液($\rho=100\mu\text{g/mL}$)。

Mn、P、Ca、Mg、Na₂O 校准标准溶液($\rho=10\mu\text{g/mL}$)。

实验步骤

①酸溶法：准确称取 0.1000g（精确至 0.0002g）试样，置于 100mL 聚四氟乙烯烧杯中（随同做空白试验），加入硝酸、氢氟酸、盐酸、高氯酸各 5.0ml，加热溶解至溶液剩余 1.0ml 左右时，取下稍冷后，加入 10.0ml 盐酸，用少许水冲洗杯壁。加热复溶盐类，取下冷却后，移入 100ml 容量瓶中，定容摇匀。按选定的仪器条件进行 Fe₂O₃、Al₂O₃、TiO₂、MnO、P₂O₅、CaO、MgO、K₂O、Na₂O 的含量。

②碱熔法：如遇特殊难溶的样品，可采用碱熔，方法如下：准确称取 0.5000g（精确

0.0002g) 试样，置于盛有 5g 混合熔剂的铂金坩埚中，混匀，再取 1g 混合熔剂覆盖于表面，置于已升温至 1050°C 的高温炉中熔融 10 分钟，取出稍冷后，将坩埚放入盛有 30ml 盐酸(1+1) 和 100ml 热水的 300ml 烧杯中，加热提取至熔融物完全溶解，取下，用水洗出坩埚，冷至室温，将溶液移入 250ml 容量瓶中，定容摇匀(此溶液不能用于测定 K_2O 、 Na_2O)。分取 10.0ml 溶液至 100ml 容量瓶中，补加 10.0ml 盐酸，定容摇匀。以下同①操作。

③校准标准曲线。根据高岭土中各元素的含量，确定各元素的工作曲线如下：

Al 工作曲线：配制成 0.00 μ g/mL, 5.00 μ g/mL, 10.00 μ g/mL, 50.00 μ g/mL 标准系列。

Fe、Ti、 K_2O 工作曲线：配制成 0.00 μ g/mL, 1.00 μ g/mL, 5.00 μ g/mL, 10.00 μ g/mL 标准系列。

Mn、P、Ca、Mg、 Na_2O 工作曲线：配制成 0.00 μ g/mL, 0.10 μ g/mL, 0.50 μ g/mL, 1.00 μ g/mL 标准系列。曲线的酸度应与被测样品保持一致。

讨论

谱线选择对每个元素选取了两条到三条优选谱线，进行二次优选，选择出本方法中的各元素的分析谱线为：Fe239.562nm、Al396.153nm、Ti336.121nm、Mn259.372nm、P214.914nm、Ca315.887nm、Mg279.077nm、 K_2O 766.490nm、 Na_2O 589.592nm。

酸度试验称取同一高岭土国家标准样品(GBW 03121)6 份，分成三组，随同样品分别做试剂空白。三组溶液的酸度(HCL) 分别为 5%、10%、20%。按选定的仪器条件测定各元素的含量。从测定的结果中可以看出，测定溶液的酸度控制在 5%-10% 结果最为理想。

仪器参数

ICP-6810 全谱直读电感耦合等离子体发射光谱仪



产品说明、技术参数及配置

ICP-6810 是用于测定不同物质（可溶解于硝酸、盐酸、氢氟酸等）中的微量、痕量元素含量的全谱直读电感耦合等离子体发射光谱仪，广泛应用于环保、石油制品、稀土、半导体、地质、冶金、化工、临床医药、食品、生物样品、刑事科学、农业研究等各个领域。

性能特点

性能稳定

仪器采用美析仪器自主研发的全固态射频电源，具有体积小、效率高、输出功率稳定、带有各种保护功能等诸多优点，负载采用全自动匹配技术，匹配速度快，提高了电源的使用效率和仪器的稳定性，并使得整个点火过程简单方便。

进样自动化

采用四通道全自动设计，转速可根据测试需求设置调节流量，载气、等离子气、辅气均采用先

进的质量流量控制器来控制，同时可以配备进口高盐雾化器、进口耐氢氟雾化器等，满足客户的各种测试需求。

精准分析

采用中阶梯光栅-棱镜交叉色散方式, 无移动光学元件；超低杂散光设计配合独特的光学设计，氮气分布式吹，进口的光学元件，智能精确的自动波长校准算法。

高精探测器

采用大尺寸 CID 探测器，波长范围 165-900nm 范围连续覆盖，一次曝光，全谱显示；非破坏性读取 (NDRO) 功能，改善了弱分析线的信噪比，提高了结果的准确性，并且数据采集与分析均优于 CCD；极佳的线性动态范围和与生俱来的抗溢出功能确保任意强弱的谱线可在一次曝光内测量并进行分析，同时为方法选择理想波长提供了灵活性（可选第二、第三或更次灵敏线来排除干扰）。

超快的测试速度

各分析谱线可以在曝光时间内设置任意合适的积分时段来实现测量的最优化；可以一次曝光读出所有分析谱线的强度积分值加快分析速度；还可以指定谱线独立读出，读出时间不超过 2ms。

强大的软件分析功能

软件操作方便、直观，具有定性、半定量、定量分析功能，具有仪器诊断优化功能，灵活的全谱研究功能，强大的离线再处理功能，具有科学智能的背景校正、去除干扰的算法功能，让测试变得更加专业与准确。

仪器技术参数

射频发生器技术指标

输入：220VAC, 20A

输出：800~1500W

频率稳定性：<0.05%

输出功率稳定性：<0.1%

电磁场泄漏辐射强度：距机箱 30cm 处电场强度 E：<5V/m

进样装置技术指标

输出工作线圈：内径 25mm、3 匝

三同心石英炬管：外径 20mm；根据中心通道大小有多种型号可选

高效进口雾化器：同心型雾化器，外径 6mm；多型号可选，高盐、耐 HF 等

雾化室：双筒型雾化室，可以选配旋流式雾化室，外径 57.2mm

蠕动泵：十二转子四通道，转速可根据需求流量设置调节（即根据进样速度设定，直观，准确）

总氩气消耗量：氩气总消耗量小于 14L/min

氩气流量计和载气压力表规格：

1. 等离子气流量计 (60~1200) L/h (1~20L/min)
2. 辅助气流量计 (3~60) L/h (0.05~1L/min)
3. 载气流量计 (3~60) L/h (0.05~1L/min)
4. 载气稳压阀 (0.2MPa)
5. 冷却水：水温 20~25°C 流量>5L/min 水压>0.1MPa