



# 赛默飞色谱及质谱客户解决方案系列

## 光伏专辑

# 赛默飞元素分析产品及技术优势

## iCE3500 原子吸收光谱

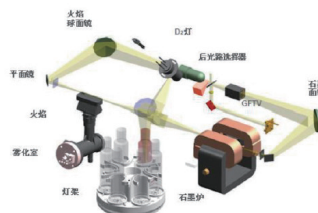
Thermo Scientific iCE 3500 原子吸收光谱仪有别于其他传统设计的原子吸收光谱仪，是令人耳目一新的仪器，结构紧凑、时尚且使用方便。



- **人体工程学设计**  
前置直插式元素灯座，可快速安装空心阴极灯，新设计的火焰仓托盘，使仪器操作更简便而快速
- **独特的一体化石墨炉可视系统**  
简化石墨炉方法开发，实用有效
- **新改进型燃烧头设计**  
即便是最难分析的样品，仪器也可轻松自如地进行长时间持续操作
- **强大的操作软件**  
SOLAAR 软件以实用、包含大量帮助信息和“菜谱”功能而著称，ICESOLAAR 软件，比以往的版本功能更强大
- **新扩展 wizards 引导功能**  
对于要求大批量快速的分析，它能使仪器更为有效地利用
- **丰富的自动优化程序**  
仪器可自动优化一些关键的分析参数，节省您的时间

## 独特的双原子化器结构

分别采用 2 套独立的光路系统，左边火焰，右边石墨炉，由软件全自动控制切换，不仅原子化器位置固定，更无需手动拆卸石墨炉自动进样器、无需重复调整自动进样器进样针的位置。而且因为火焰和石墨炉的光路相对独立，互不影响，在进行二者切换的时候没有光能量的损失，保证了仪器测试的灵敏度。



### 双原子化器高效率

无需更换，无需重新校准

### 双单色器性能

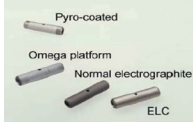
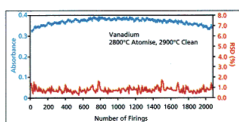
中阶梯光学系统 棱镜 / 光双单色器  
快速且光通量高

### 双背景校正功能

四线灯 (D2) 和塞曼效应，选择最适合你的方式

## 最低耗材使用成本

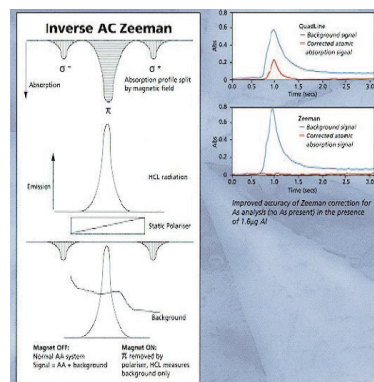
- 惰性聚四氟乙烯雾化室，包括碰撞球与扰流器 (标准配置)
- 耐腐蚀 Pt/Ir 合金与聚四氟乙烯喷嘴雾化器
- 翅片式钛燃烧器，耐腐蚀，层流设计低积碳，耐高盐
- 及专利 ELC 石墨管，确保 2800°C 使用 2000 次



## 全面背景校正技术

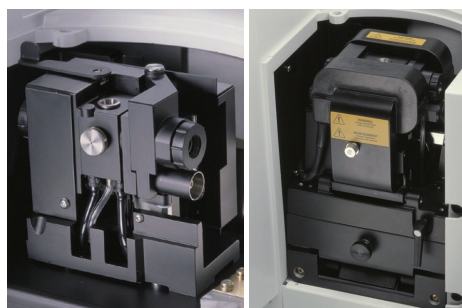
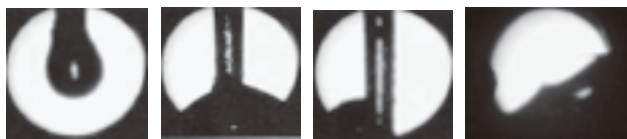
iCE3500 提供三种背景校正方式满足各种类型样品：

- 1) 氘灯背景校正
- 2) 塞曼背景校正
- 3) 联合背景校正



## 快速简单的方法开发

- 具有最高的温度 (3000°C)，最快的升温速率 (3500°C/s)，保证高温元素在内的高灵敏度的分析
- 石墨炉可视进样系统，清晰观察样品灰化原子化全过程



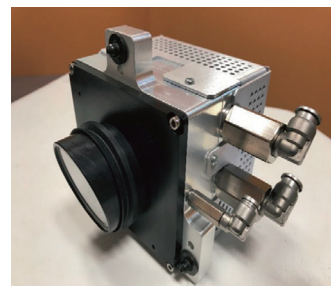
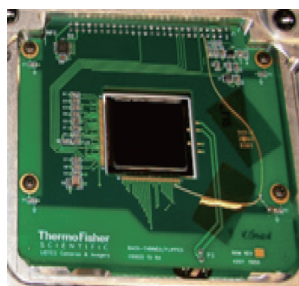
# iCAP PRO series 电感耦合等离子体光谱



- **稳健耐用**  
耐高基体垂直炬管，空气动力学设计的双层炬室，强耐腐蚀氮化硅-刚玉吹扫接口；
- **易学易用**  
单手即可维护的插拔式进样系统，自动调谐、一键优化的 Qtgera 智能软件；
- **事半功倍**  
快速冷启动紧凑光室，全新专利高速率读取 400 万像素 CID 检测器；
- **精益求精**  
紫外增强模式显著提高紫外区元素检测能力，精密光室恒温 and 全质量流量计气路保证无与伦比的稳定性；
- **高投资回报**  
最低的单位样品耗时耗气量和长寿命陶瓷炬管保证最低的运行成本。

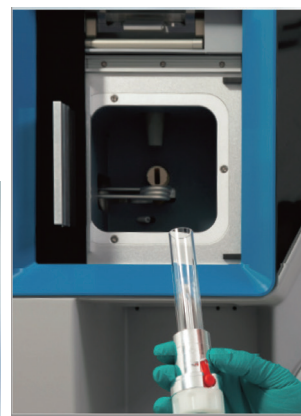
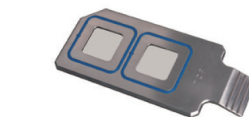
## 全新高动态范围电荷注入式检测器 (CID)

- 全新专利高速读取 400 万像素检测器，可实现完全同时读取全波段光谱，高低含量同时测量，一次曝光获得所有结果；
- 高速信号处理器，确保一致的测量时间；
- 非破坏性读取 (NDRO) 功能可自动测量任何像素上的信号值。这有助于在检测器上任何位置的任何波长处实现最佳信噪比，同时保持所有信号的宽动态范围。



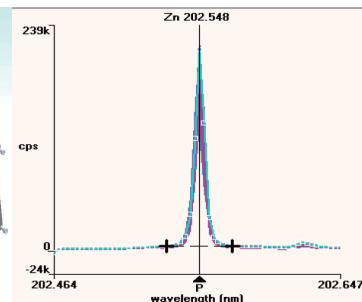
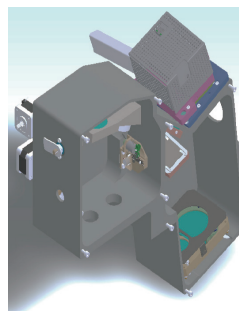
## 全新耐用垂直炬管

- 仪器的双向和径向观测均可自动调节径向观察高度，并都配置垂直方向的炬管，结合独特的等离子接口，可以获得更高的耐用性；
- 方便拆卸的 POP 石英窗，易于观察和维护；
- 使用专用附件进一步提高耐用性并分析最具挑战性的样品，例如饱和食盐水溶液；
- 可配置 EMT 石英炬管和耐用的陶瓷炬管，两种炬管都带有快速拆卸和自动准直功能，同时可选择各种规格和材质的中心管用于不同应用。



## 全新高分辨率的恒温光学系统

- 新型高性能中阶梯光栅和棱镜，在 200 nm 处的分辨率 <math><7\text{pm}</math>，无需过于复杂的光谱干扰处理技术，便可对复杂基体样品进行简单分析；
- eUV 紫外增强分析模式可用于进一步增强远紫外区波长元素（例如汞、硫、铅和镉）的灵敏度
- 紧凑精密的光学元器件，可以减少光信号的损失，最大限度将光信号从等离子传输到检测器，达到卓越的检出限；
- 先进的自动校正功能可显著减少仪器的预热时间，并确保长期稳定性





# iCAP RQplus 电感耦合等离子体质谱



## 高效

Thermo Scientific iCAP RQplus ICP-MS 为高通量检测和科研实验室提供多元素检测的完整解决方案。拥有强大抗干扰能力和直观清晰操作流程的 iCAP RQplus ICP-MS，不仅确保大批量数据的准确性，提高实验的分析效率，而且极大程度提升实验室的检测能力。

## 稳健

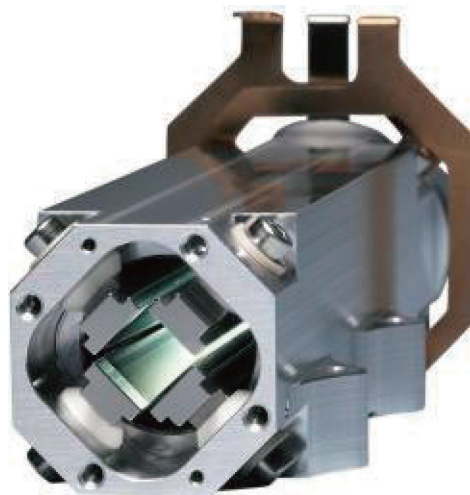
iCAP RQplus ICP-MS 合理的硬件设计，致力于降低维护频率以保证仪器正常运行时间，从而满足实验室对仪器终极需求的最大化，是一款强大可靠的专业分析仪器。

## 满足复杂样品全天候分析

- 超强的基体耐受性，轻松应对包括海水在内的复杂样品
- 稳健的等离子体性能，完全满足有机样品（如：100% 乙睛）的直接分析
- 先进的热平衡技术，确保长期的质量稳定性
- 全新的固态射频发生器设计，具有超常的点火可靠性

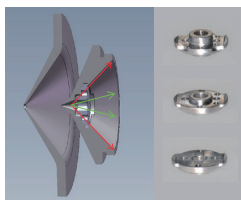
## 独特的四极杆碰撞反应池 Qcell Flatapole 设计

- 凭借具有动能歧视功能的氦气碰撞模式（KED Mode），实现样品中全元素的分析
- 即便是 Li、Be、B 等低质量数元素，也可在碰撞模式下获得 ppt 级的检出水平
- 超高真空系统配合低频驱动四极杆质量分析器，确保获得更高的分析灵敏度
- 四极杆碰撞反应池配合多种干扰消除模式，保证检测数据的准确性
- 提供灵活多样的碰撞 / 反应气选择，无惧复杂样品基体干扰



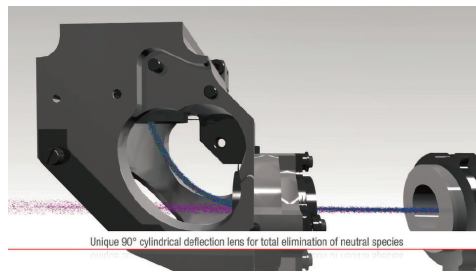
## 接口系统，专利的嵌片设计

- 嵌片的狭窄通道束缚了离子的大角度扩散，形成一定程度的物理聚焦（绿色箭头），束缚离子束，防止扩散
- 添加嵌片形成超声射流——产生径向抽气，减少盐析出，增加耐盐能力



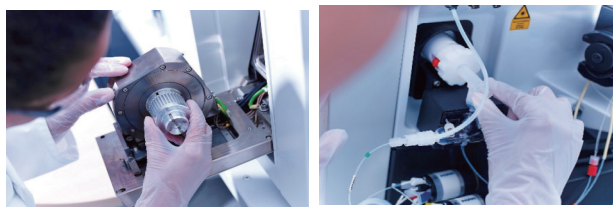
## RAPID 偏转聚焦透镜

- 最佳离子偏转和聚焦特性，去除中性粒子和光子，降低噪音，提高信噪比
- 固定电压，操作简单
- 无接触式偏转，无需清洗



## 操作人性，维护简单

- 一分钟实现进样系统的连接
- 等离子体，辅助气气路自动连接
- 炬管自动准直连接方式
- 开放式的工作区域，便于接口维护
- 专利嵌片设计，长期保持锥口清洁，减少维护频率
- 多种接口类型，令复杂样品的分析工作更持久而无需停机维护







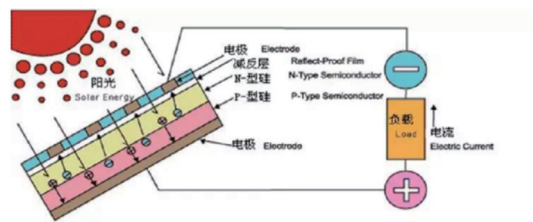


目前可再生能源（包括太阳能、风能等）替代化石能源（煤炭等）发电，是比较确定的大趋势，原因有以下几点：

- 1) 太阳能、风能等能源可再生且清洁，相比火力发电，排放二氧化碳以及其他污染物少；
- 2) 我国在 2015 年的《巴黎协定》承诺将在 2030 年左右达到碳排放峰值，并在 2030 年前将非化石能源占一次能源消耗的比重提高到 20%；

传统发电方式基本都是轮机发电，而光伏发电原理非常独特——“光生伏特效应”，即半导体的光电效应。太阳能电池是一个半导体光电二极管，光子照在 P-N 结内形成电子——空穴对，电子在内建电场的作用下向电池负极移动，经过外电路达到正极形成电流，光能就变成了电能。当许多个电池串联或并联起来就可以成为有比较大的输出功率的太阳能电池方阵了。

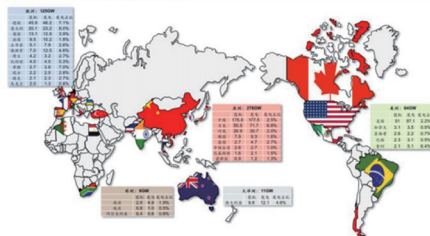
太阳能电池主要由电子元器件构成，不涉及机械部件，所以，太阳能发电设备极为精炼，可靠稳定寿命长、安装维护简便。



太阳能电池简图及太阳能发电的工作原理图

2019 年我国太阳能发电占总发电量的比重在 1.6% 左右，和德国、意大利等欧洲国家相比（在 7%-8% 左右），还有很大差距。而放眼全球，除了中国，其余国家的提升空间同样很大，比如美国、印度、法国等国家的太阳能发电占比同样在仅在 2% 左右。

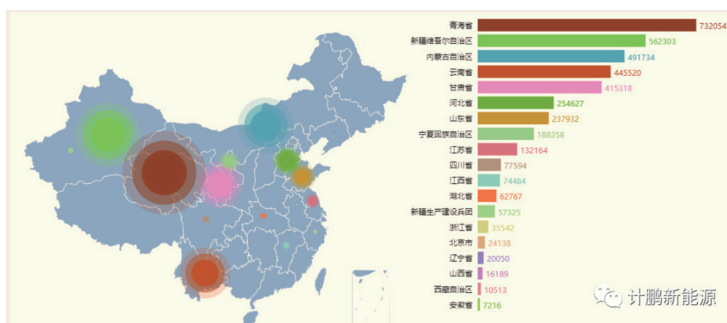
图 22: 2018 年全球重点国家或地区光伏装机情况



图：光伏装机、光伏发电占比

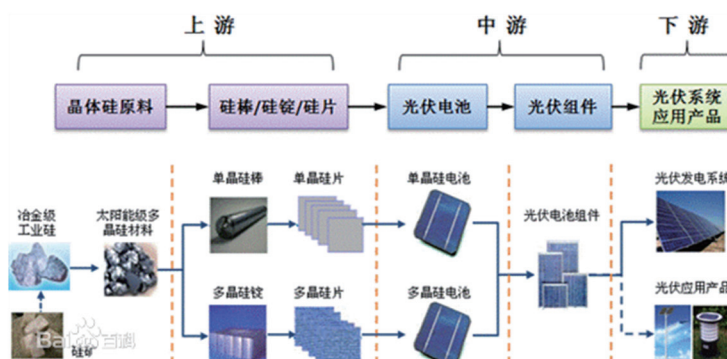
截至 2020 年 3 月，国内太阳能发电占总发电量的比重为 1.9%，较 2019 年有所上升。并且，光伏替代传统能源更为确定的逻辑在于——当前，新能源发电成本已经降至传统火电同一水平线。

目前光伏累计核发电量 3845828 个，占据前三甲的是青海、新疆和内蒙古自治区，核发电量分别是 732054、562303、491734，占总核发电量的 46.44%。

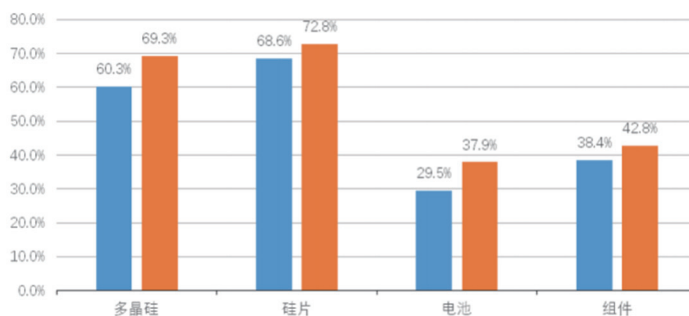


累计光伏核发电量

从 2019 年开始，国内开始首批光伏平价项目申报，标志着光伏平价时代已经逐步开启，根据中国光伏行业协会的预测，预计 2022 年左右，光伏度电成本可以低于煤电上网电价（2017 年为 0.372 元/千瓦时）。不过，光伏发电相比火电，缺点在于其稳定性（白昼 VS 黑夜）。因此，如果要持续使用光伏能源，那么储能这个赛道，将是强逻辑，值得长期关注。



由于光伏产业链上公司较多，因此，分析产业格局时我们把产业链分为：光伏制造、设备与辅材两个环节。



图：2018、2019 年光伏产业各环节前五大企业产量占比

赛默飞光伏行业 ICPOES/ICPMS 解决方案如下：

数量	标题
1	iCAP PRO Series ICP-OES 测定光伏产业用氢氧化钠、氢氧化钾中杂质元素含量
2	iCAP PRO 系列 ICPOES 测定电子级双氧水中杂质元素
3	iCAP PRO 系列 ICP-OES 测定高纯石英砂中的杂质元素
4	iCAP PRO Series ICP-OES 测定工业硅样品多种元素含量测定
5	iCAP PRO 系列 ICP-OES 测定浆料（银浆，铝浆）中多种元素含量
6	iCAP PRO 系列 ICP-OES 测定光伏玻璃 - 纯碱中磷硼元素
7	iCAP RQ plus ICP-MS 测定三氯氢硅中杂质



续

数量	标题
8	iCAP RQ plus ICP-MS 测定多晶硅表面杂质
9	iCAP RQ plus ICP-MS 测定四氯氢硅中杂质
10	iCAP RQ plus ICP-MS 测定光伏玻璃 - 石英砂中杂质元素

## iCAP PRO Series ICP-OES 测定光伏产业用氢氧化钠、氢氧化钾中杂质元素含量

### 1. 引言

太阳能是人类取之不尽用之不竭的可再生能源。也是清洁能源，不产生任何的环境污染。晶硅太阳能电池片是目前技术最成熟的太阳能电池。晶硅太阳能电池制程中需用到湿电子化学品，主要应用于太阳能电池片的制绒、清洗及刻蚀等工艺，是太阳能电池片精细加工的核心工艺。如单晶硅太阳能制绒加工，是利用单晶片各向异性的腐蚀特性由强碱（氢氧化钠 / 氢氧化钾）对硅表面进行一系列的腐蚀，形成似金字塔状的绒面。多晶硅中需要用到高纯氢氧化钠进行清洗等操作。但氢氧化钠或氢氧化钾中存在的杂质元素会对硅片产生影响，因此必须限制强碱中的杂质含量。

氢氧化钠和氢氧化钾的溶液中盐分高，且试样呈强碱性，因此不能直接进样，需酸化稀释后进行测试。本文采用标准加入法使用 iCAP Pro Series ICPOES 的方式进行测定。其前处理方法简单，一次进样可测定多种元素，做样效率高，稳定性好，通过加标回收率验证结果准确可靠。

### 2. 实验部分

#### 2.1 仪器与试剂标品

2.1.1 iCAP PRO Series ICP-OES

2.1.2 各元素单标标准溶液（1000 $\mu$ g/ml, inorganic）

2.1.3 硝酸（Fisher Trance mental 级）

2.1.4 超纯水（电阻率 18.2 兆欧姆）

2.1.5 移液枪（200 微升，1000 微升 Thermo Fsiher）

#### 2.2 样品

2.2.1 质量分数 45 $\pm$ 1% 的氢氧化钠和氢氧化钾溶液。

#### 2.3 溶液配制

使用标准加入法配置各个元素的浓度梯度，其加标浓度为：0 mg/L, 0.025mg/L, 0.050mg/L, 0.75mg/L, 0.100mg/L。

2.4.1 样品使用 5% 硝酸稀释 30 倍，使样品成酸性。使用标准加入法测定，直接在样品中加入一定浓度的带测定元素标准溶液，得到 2.3 中浓度梯度的校准曲线。

2.4.2 氢氧化钠中钾元素、氢氧化钾中钠元素含量较高，使用 5% 硝酸稀释 1000 倍后使用外标法测试。

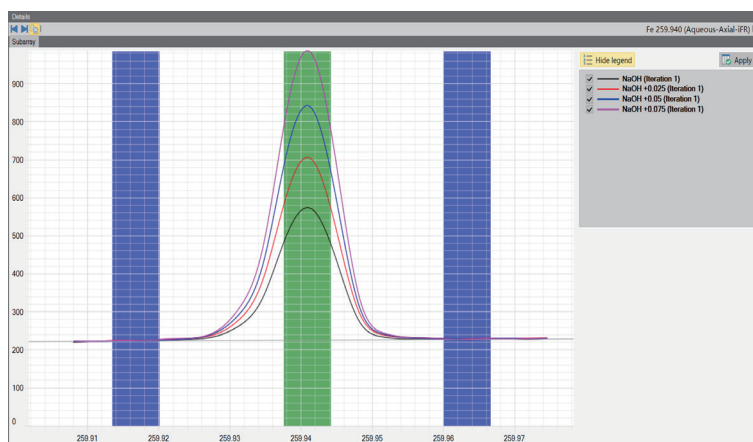
#### 2.5 仪器参数和方法优化

##### 2.5.1 仪器参数

仪器型号	iCAP PRO 系列	等离子参数	
观测方向	轴向观测	泵速	45rpm
进样系统		RF 功率	1150 W
附件		雾化气	0.5 L/min
中心管	2.0mm 石英中心管	辅助气	0.5 L/min
雾室	旋流雾化室	冷却气	12.5 L/min
雾化器	Mira Mist 雾化器	积分时间	15 seconds

## 2.5.2 波长选择

根据参数表格设置仪器的工作条件，依次将样品溶液和已经加标后的样品引入等离子体采集所有杂质元素的谱线数据信息，数据采集完成后通过子阵列谱图叠加功能显示每一条谱线的信息，借此判断每一条谱线的受干扰情况的同时优化调整更为合理的数据采集点阵列位置；实际测试表明，iCAP PRO 系列光谱仪在 167nm~852nm 内为连续的波长覆盖，结合 2048×2048 像素点的 CID 检测器，这使得谱线库中具有多于 50000 条以上的谱线可供选择，选择左右背景平坦无干扰的峰型即可（如下图）。



## 2.5.3 各元素标准曲线相关系数 R 及 2 小时长期稳定性

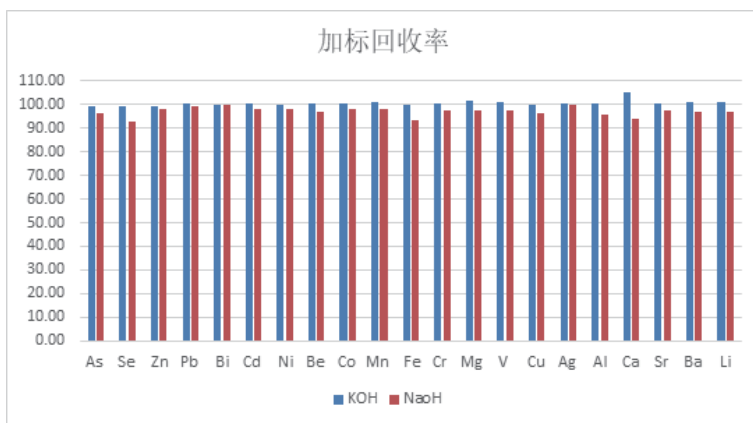
元素	波长nm	线性相关系数R	元素	波长nm	线性相关系数R
As	189.042	0.9995	Mg	279.553	1.0000
Se	196.090	0.9996	V	309.311	0.9997
Zn	202.548	0.9999	Cu	324.754	0.9999
Pb	220.353	0.9994	Ag	328.068	0.9998
Bi	223.061	0.9993	Al	396.152	0.9995
Cd	226.502	1.0000	Ca	396.847	1.0000
Ni	231.604	0.9996	Sr	407.771	0.9999
Be	234.861	0.9993	Ba	455.403	0.9998
Co	238.892	0.9996	Li	670.776	0.9999
Mn	257.610	0.9999	K	766.490	0.9998
Fe	259.940	0.9999	Na	589.592	0.9996
Cr	267.716	0.9999	--	--	--

## 2.5.4 杂质元素 测试结果（ND 代表低于检出限）

元素	波长nm	NaOH mg/L	KOH mg/L	方法检出限 mg/L	元素	波长nm	NaOH mg/L	KOH mg/L	方法检出限 mg/L
As	189.042	ND	ND	0.0869	Mg	279.553	0.0821	0.0529	0.0051
Se	196.090	ND	ND	0.1593	V	309.311	ND	ND	0.0096
Zn	202.548	0.103	0.0469	0.0053	Cu	324.754	ND	0.1066	0.0147
Pb	220.353	ND	ND	0.0827	Ag	328.068	ND	ND	0.0176
Bi	223.061	ND	ND	0.1410	Al	396.152	0.0907	ND	0.0476
Cd	226.502	ND	ND	0.0055	Ca	396.847	0.6431	0.4054	0.0132
Ni	231.604	0.1698	0.0754	0.0389	Sr	407.771	0.0054	0.0011	0.0004
Be	234.861	ND	ND	0.0019	Ba	455.403	0.0081	0.0044	0.0013
Co	238.892	ND	ND	0.0227	Li	670.776	1.261	0.0265	0.0259
Mn	257.610	0.0241	0.0220	0.0022	K	766.490	2489	--	--
Fe	259.940	1.872	0.6493	0.0308	Na	589.592	--	2329	--
Cr	267.716	0.427	0.1577	0.0217	--	--	--	--	--

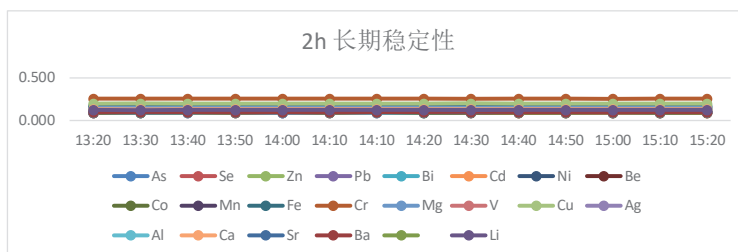
## 2.5.5 加标回收率测定

样品采用加标 0.05mg/L 来进行加标回收验证，可以发现回收率在 93-105% 之间，完全满足测试需求。



### 2.5.6 长期稳定性验证

对样品进行 2h 的长期稳定性测试，使用 KOH 样品加标量 0.1ug/L 的标准点每隔 10min 测定一组数据，2 小时长期稳定性数据如下图，其 RSD 在 0.34%-0.89% 之间，完全满足测试需求。



## 3. 方法讨论

本文采用赛默飞 iCAP PRO 系列电感耦合等离子体发射光谱仪，对氢氧化钠、氢氧化钾中杂质元素的测定建立了快速测定的检测方法。杂质元素采用标准加入法测定，即可避免基体效应的影响，获得 93%-105% 的加标回收率。对于低含量的元素可获得准确的测试结果，检出限均可满足要求。满足氢氧化钠、氢氧化钾中测试的严格要求。

# iCAP PRO 系列 ICPOES 测定电子级双氧水中杂质元素

## 1. 引言

随着半导体技术的高速发展，对超净高纯试剂的要求越来越高。高纯度双氧水是电子工业中一种十分重要的化学品。主要用于集成电路生产过程中硅片的清洗和光刻胶的剥离。双氧水中的有机物、金属杂质和非金属杂质的存在会严重影响双氧水在电子工业的应用。而杂质离子的存在会对半导体电路性能和蚀刻作用产生不利影响。电感耦合等离子体发射光谱法具有快速、同时测定各种化学工业品中痕量元素的能力。本文采用 iCAP PRO 系列电感耦合等离子体发射光谱仪测试高纯双氧水中杂质元素，样品无需稀释直接进样，减少环境和水对测定的影响，避免沾污，采用标准加入法消除基体干扰，可以直接进样测定高达 50% 浓度的双氧水，提高了方法的准确性和可靠性。

## 2. 实验部分

### 2.1 仪器与试剂标准品

2.1.1 Thermo Fisher iCAP PRO X ICPOES

2.1.2 31% 双氧水 (trace metal 级别, Fisher)

2.1.3 多元素标准溶液 (1000ug/mL, inorganic)

2.1.4 超纯水 (电阻率 18.2 兆欧)

### 2.2 溶液配制和样品前处理



2.2.1 样品无需前处理，采用标准加入法，直接上机测试。

2.2.2 采用 Fisher trace metal 级别双氧水作为基体配制多元素混合元素标准溶液( 0, 10,50,100,500 ug/L )制作标准曲线。

2.2.3 此标准曲线为标准加入法曲线，样品直接在此曲线下测试即可消除基体干扰。

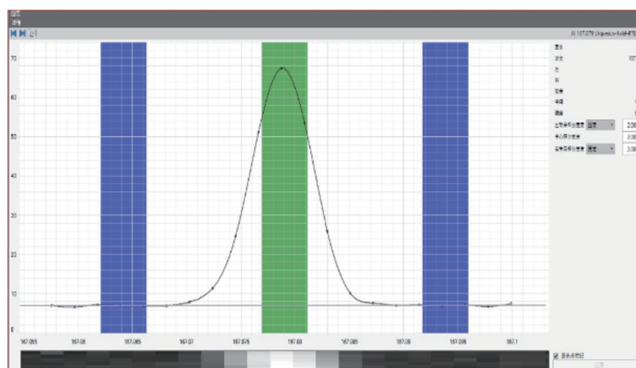
### 2.3 仪器参数和方法优化

2.3.1 仪器参数：

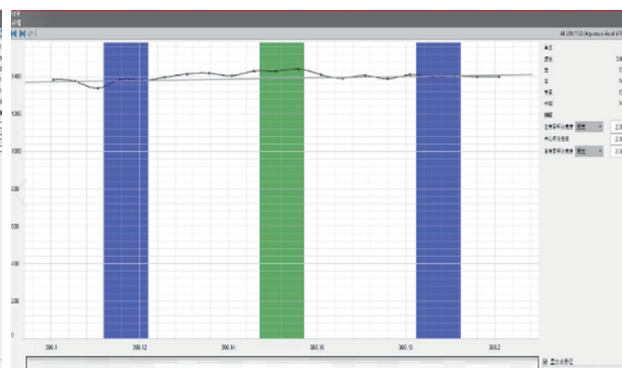
仪器型号	iCAP PRO X	等离子参数	
观测方式	双向观测	泵速	45r/min
进样系统		RF 功率	1150 W
附件		雾化气	0.6L/min
中心管	2.0mm 中心管	辅助气	0.5L/min
雾室	高效旋流雾室	冷却气	12.5 L/min
雾化器	同心雾化器	积分时间	15seconds

2.3.2 波长选择：

对于双氧水等高纯化学试剂的分析，通常需要检测极低含量的元素，故一般都需要选择元素的最灵敏谱线进行分析。由于铝的主灵敏线 167.079nm 处在远紫外区，容易受到空气中二氧化碳和氧气的吸收而导致灵敏度损失或不稳定，且通常需要惰性气体长达数小时的吹扫，故市面上大多数 ICPOES 对于铝元素的分析会放弃主灵敏线而选择次灵敏线 396nm 的波长测试。本实验在双氧水空白中加入 10ppb 铝元素，对铝 396nm 和 167nm 的谱图进行比对( 如下图 )，可明显得出铝 167nm 可获得比 396nm 更好的灵敏度和检出限。这得益于 iCAP PRO 系列 ICPOES 优异的光路系统设计从而具有市面上独一无二的远紫外区元素检测能力。无需长时间的惰性气体吹扫，iCAPPRO 系列 ICPOES 在测试双氧水中铝元素时使用 167nm 的谱线可获得小于 0.1ppb 的检出限。



10ppb Al 元素 167nm 谱图



10ppb Al 元素 396nm 谱图

2.3.3 标准曲线相关系数 R<sup>2</sup>：

元素/谱线	相关系数/R <sup>2</sup>
Ag 328.068	1.0000
Al 167.079	1.0000
As 193.759	1.0000
Au 242.795	0.9997
B 249.773	1.0000
Ba 455.403	1.0000
Ca 393.366	1.0000
Cd 214.438	1.0000
Co 238.892	1.0000
Cr 267.716	1.0000
Cu 324.754	1.0000
Fe 238.204	1.0000
K 766.490	0.9996
Li 670.791	0.9995
Mg 279.553	1.0000

Mn 257.610	1.0000
Na 589.592	0.9996
Ni 221.647	1.0000
P 177.495	0.9999
Pb 220.353	1.0000
Sb 206.833	0.9990
Si 251.611	0.9998
Sn 189.989	1.0000
Sr 407.771	1.0000
Ti 334.941	1.0000
Zn 213.856	1.0000
Zr 339.198	1.0000

2.3.4 样品测试结果和检出限：（单位：ppb/ ug/L）检出限采用双氧水空白运行 10 次的标准偏差乘以 3 计算获得，ND 代表未检出。

元素/样品	检出限	盲样
Ag 328.068	0.436	ND
Al 167.079	0.132	5.344
As 193.759	1.456	ND
Au 242.795	1.795	ND
B 249.773	0.297	ND
Ba 455.403	0.054	ND
Ca 393.366	0.174	8.428
Cd 214.438	0.146	ND
Co 238.892	0.484	ND
Cr 267.716	0.302	1.127
Cu 324.754	0.662	ND
Fe 238.204	0.273	2.009
K 766.490	0.784	18.355
Li 670.791	0.028	0.037
Mg 279.553	0.059	0.677
Mn 257.610	0.200	ND
Na 589.592	0.426	2216
Ni 221.647	1.043	ND
P 177.495	3.185	/
Pb 220.353	2.889	ND
Sb 206.833	3.967	ND
Si 251.611	0.708	1.007
Sn 189.989	2.252	ND
Sr 407.771	0.019	ND
Ti 334.941	0.154	ND
Zn 213.856	0.230	1.504
Zr 339.198	0.278	ND

### 3. 方法讨论

本文采用赛默飞 iCAP PRO 系列电感耦合等离子体发射光谱仪，对双氧水中杂质元素的测定建立了快速测定的检测方法，样品无需稀释直接进样即可准确快速的测定双氧水溶液中的杂质元素。为获得最佳的检出限和信噪比，本试验对等离子体测试条件进行了优化，测试波长进行了选择，并采用标准加入法测试，避免了双氧水基体对各元素的干扰，从而保证了更好的准确度。该测试方法检出限低，各元素均可以获得较好的线性和重复性，可以应用于双氧水产品中元素杂质的控制。

# iCAP PRO 系列 ICP-OES 测定高纯石英砂中的杂质元素

## 1. 引言

高纯石英砂具有极好的化学稳定性、高绝缘耐压能力和极低的体膨胀系数，被广泛应用在大规模集成电路、太阳能电池、光伏、光纤、激光、航天、军事等领域。按高纯石英砂中 SiO<sub>2</sub> 含量可细分为低端（3N）、中端（4N）、高端（4N8）三个等级。高纯石英砂中杂质含量的高低直接影响产品的性能、使用寿命及良品率，需要非常准确的定量。因此，对高纯石英砂中杂质元素的准确测定就变得尤为重要。

## 2. 实验部分

### 2.1 仪器与试剂标准品

2.1.1 Thermo Fisher iCAP PRO X ICP-OES

2.1.2 电热板

2.1.3 氢氟酸（国药，电子级）

2.1.4 硝酸（国药，电子级）

2.1.5 多元素标准溶液（1000ug/mL, Spex）

2.1.6 超纯水（电阻率 18.2 兆欧）

2.1.7 移液器（200 微升，1000 微升 Thermo Fisher）

### 2.2 溶液配制和样品前处理

2.2.1 元素标准溶液配制：配制 0,0.04,0.10,0.20, 0.40,1.0,2.0mg/L 混合标准溶液（部分元素依据样品含量有所调整）。

2.2.2 样品前处理：准确称取 1.0000g 高纯石英砂样品，置于聚四氟乙烯消解罐内，滴加蒸馏水润湿，加入氢氟酸 10ml，加盖，置于电热板上于 120℃ 下加热分解样品，样品充分溶解后，揭盖，继续于 120℃ 下加热至近干，取下冷却，加入 0.5ml 硝酸，微热，定容至 20ml，摇匀，待测，同时制备空白样品。

### 2.3 仪器参数和方法优化

#### 2.3.1 进样系统选择

本次测试采用氢氟酸对高纯石英砂进行溶解，样品试液中残留的氢氟酸会对普通石英进样系统产生腐蚀。本方法采用刚玉中心管、聚四氟乙烯雾化室和 Miramist 雾化器、D-torch 陶瓷炬管全惰性进样系统。D-torch 陶瓷炬管可以耐受高浓度氢氟酸，较普通石英炬管具有更长的使用寿命，可最大程度延长进样系统寿命，降低用户成本。

#### 2.3.2 仪器参数

表 1. 仪器参数

仪器型号	iCAP PRO X	等离子参数	
观测方式	轴向观测	泵速	45rpm
雾化器	Miramist 雾化器	RF 功率	1150 W
附件	D-torch 陶瓷炬管	雾化气	0.6L/min
中心管	2.0mm 刚玉中心管	辅助气	0.5L/min
雾室	聚四氟乙烯雾化室	冷却气	12 L/min

#### 2.3.3 波长选择

根据 2.3.2 设置仪器工作条件，依次测定标准溶液和样品溶液、已经加标后的样品溶液，采集待测杂质元素的谱线数据信息，数据采集完成后通过子阵列谱图叠加功能显示每一条谱线的信息，借此判断每一条谱线的受干扰情况，同时优化调整数据采集点阵列位置。



表 2. 各测定元素波长统计

元素	波长 (nm)	元素	波长 (nm)
Al	396.152	Na	589.592
Fe	238.204	K	766.470
Mn	257.610	Mg	279.553
Li	670.784	Ca	422.673
Ni	341.476	Cr	267.716
Cu	224.700	Ba	455.403
Co	238.892		

## 2.3.4 标准曲线相关系数

表 3. 各元素观测方式与标准曲线拟合 R<sup>2</sup>

元素	相关系数R <sup>2</sup>	元素	相关系数R <sup>2</sup>
Al396.152	0.9997	Na589.592	0.9995
Fe238.204	0.9991	K766.470	0.9996
Mn257.610	0.9997	Mg279.553	0.9998
Li670.784	0.9996	Ca422.673	0.9997
Ni341.476	0.9998	Cr267.716	0.9999
Cu224.700	0.9998	Ba455.403	0.9997
Co238.892	0.9999		

## 2.4 样品测试结果和检出限

## 2.4.1 方法检出限

方法检出限 MDL 采用试剂空白条件下进行测试，再乘以样品稀释倍数（20）而得，测定下限 MQL 采用 4 倍 MDL 计算后而得。

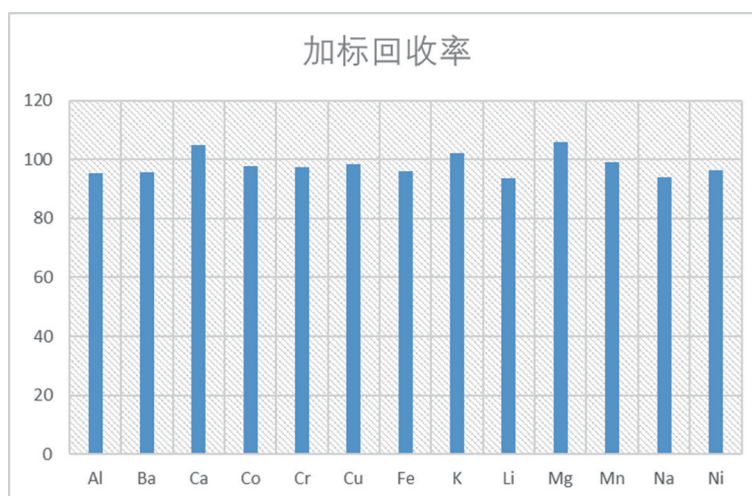
表 4. 各分析元素在试剂空白条件下 MDL 与 MQL

元素	波长 (nm)	MDL, ug/g	MQL, ug/g
Al	396.152	0.040	0.160
Fe	238.204	0.024	0.096
Mn	257.610	0.001	0.004
Li	670.784	0.001	0.004
Ni	341.476	0.016	0.064
Cu	224.700	0.022	0.088
Co	238.892	0.016	0.064
Na	589.592	0.040	0.160
K	766.470	0.036	0.144
Mg	279.553	0.005	0.020
Ca	422.673	0.040	0.160
Cr	267.716	0.012	0.048
Ba	455.403	0.001	0.004

注：高纯石英砂的检测对试剂有较高要求，需要严格控制所用试剂纯度，建议使用电子级。

## 2.4.2 样品测试加标回收率

铝、钠、钙加标 0.5mg/L, 其他元素加标 0.2mg/L, 测试加标回收率。



### 2.4.3 样品测试稳定性

2 小时每 20 分钟测定一次，共测定 8 次。

表 5. 检出元素测试稳定性统计

样品/元素	Al 396.152	Li 670.784	Na 589.592	K 766.470	Mg 279.553	Ca 422.673
1-1	15.989	0.483	4.838	1.315	0.346	5.146
1-2	15.963	0.489	4.897	1.333	0.349	5.164
1-3	15.982	0.491	4.857	1.318	0.347	5.147
1-4	16.021	0.491	4.850	1.312	0.352	5.151
1-5	16.149	0.493	4.845	1.315	0.354	5.169
1-6	16.260	0.495	4.911	1.332	0.356	5.211
1-7	16.196	0.492	4.911	1.335	0.351	5.182
1-8	16.238	0.492	4.852	1.318	0.353	5.205
平均值	16.100	0.491	4.870	1.322	0.351	5.172
标准偏差	0.124	0.004	0.031	0.009	0.003	0.025
相对标准偏差 %	0.77	0.73	0.63	0.71	0.99	0.49

## 3. 方法讨论

实验数据表明，iCAP PRO 系列 ICP-OES 可以准确测定高纯石英砂中铁、锰、铜、锌等杂质元素的含量，采用简单易操作的外标法测试所有杂质元素可在 1 分钟内样品测试，测试结果稳定、精密度好、准确度高，样品加标回收率为 90%-110%，2 小时测定的相对标准偏差小于 1%。全惰性进样系统具有更长的使用寿命，可最大程度延长进样系统寿命，确保具有最低的耗材运行成本。本方法能够满足高纯石英砂中杂质元素的测试要求。

### 参考文献：

《石英玻璃化学成分分析方法》（GB T 3284-2015）。

## iCAP PRO Series ICP-OES 测定

## 工业硅样品中 P、B、Fe、Al、Ca、Ni、Mn、Ti 等多种元素含量测定

### 引言

工业硅通常情况下作为生产高纯度多晶硅和单晶硅的原材料，对其杂质元素含量的准确测定成为控制最终成品质量的重要保障，基于工业硅样品中磷、硼元素存在易挥发损失造成回收率偏低的特殊性质，依据 GB/T 14849.4-2008 国家标准为指导，在此基础上对分析方法进行了优化设计，有效地解决了磷、硼元素的回收率问题，采用 iCAP

PROSeries ICP-OES 法建立起工业硅样品中磷、硼以及其它金属元素准确可靠的分析检测方法。

## 参考标准

GB/T 14849.4-2008 工业硅化学分析方法 第 4 部分

## 1 实验部分

### 1.1 仪器及工作参数

iCAP PRO Duo ICP-OES

仪器条件	设置条件	部件号
进样泵管	聚氯乙烯, 橙 / 白, ID=0.64	8423 120 51511
排液泵管	聚氯乙烯, 白 / 白, ID=1.02	8423 120 51521
泵速	45 rpm	
雾化器	PEEK Mira Mist	8423 120 51471
载气流量	0.5 LPM	
雾化室	PTFE	8423 120 51461
炬管中心管	刚玉, 2.0mm 中心管	8423 120 51961
观测方式	水平, 部分主量元素设置为垂直	
RF 功率	1150 W	
辅助气流量	0.5 LPM	
积分时间	15 秒	
重复次数	3	

### 1.2 分析元素波长选择

元素	波长, nm	元素	波长, nm
P	213.618/177.495	Ni	231.604
B	249.773/249.678	Mn	257.610
Al	396.152/167.079	Ti	334.941/336.121
Ca	317.933	Fe	238.204/259.940

### 1.3 试剂及器皿

- 超纯水
- 甘露醇, 优级纯
- 浓硝酸, Trace Metal, Fisher
- 氢氟酸, Trace Metal, Fisher
- 聚四氟乙烯烧杯, 聚丙烯容量瓶

### 1.4 标准溶液及工作曲线

1.4.1 标准溶液: P、B、Al、Fe、Al、Ca、Ni、Mn、Ti, 1000ug/mL, 国家标准物质研究中心

1.4.2 工作曲线: P/B: 0.00、50.0、100.0、200、500ng/mL 混标, 5% 硝酸;

Al、Fe、Ca、Ni、Mn、Ti: 0.00、1.00、10.0、30.0、50.0ug/mL 混标, 5% 硝酸

### 1.5 样品制备

准确称取 0.5000~1.0000g 样品于聚四氟乙烯烧杯中, 加入 3mL 2% 甘露醇溶液将样品润湿摇匀, 加入 10mL 优级纯氢氟酸, 逐滴加入优级纯硝酸并不断摇匀烧杯用以控制样品反应速度和均匀接触反应, 待工业硅样品溶解完全至溶液清澈后将烧杯置于 140 度电热板上加热 30 分钟, 期间应采用洗瓶淋洗杯壁数次, 取下冷却后定容至 50mL 塑料容量瓶中待测。

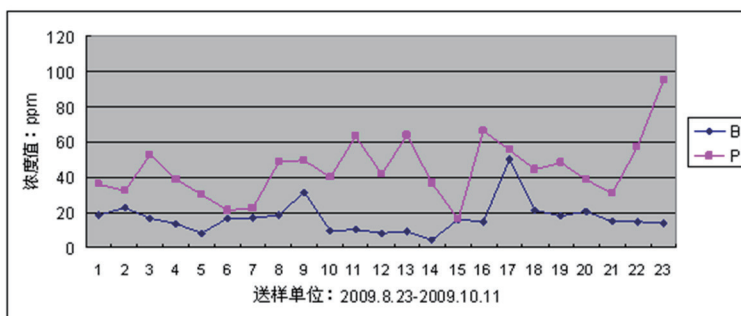
## 2 分析结果



2.1 仪器按照给定的参数条件下进行工作曲线的测量，须确保各元素工作曲线拟合系数  $R^2 > 0.999$

测量结果（生产过程部分关注元素存在区别）

日期	内容	结果 ppm							备注
		B	P	Al	Fe	Ti	Cu	Ca	
09.08.23	硅粉	18.81	36.16	3967	2064	262.3	8.23	1010	供应商 X
09.08.23	硅粉	22.56	32.31	4257	3242	220.3	11.45	1718	供应商 X
09.08.27	硅粉	24.31	44.35	5078	2848	304.6	16.68	1277	供应商 X
09.08.27	硅粉	17.82	31.21	6726	5729	336.1	23.12	1997	供应商 X
09.08.27	硅粉	20.17	58.57	5133	3078	405.1	32.19	2106	供应商 X
09.08.30	硅粉	26.81	34.26	3036	1730	280.5	14.54	926	供应商 X
09.08.31	硅粉	28.45	39.36	4717	3389	360.4	29.45	2046	供应商 X
09.09.07	硅粉	22.46	36.67	4843	2186	336.1	39.55	1090	供应商 X
09.09.10	硅粉	16.74	52.83	5244	2612	342.7	28.23	1875	供应商 X
09.09.10	硅粉	13.65	38.78	6666	3490	482.2	35.18	2282	供应商 X
09.09.13	硅粉	8.62	30.21	4743	2704	371.7	66.70	1284	供应商 X
09.09.15	硅粉	16.59	21.50	6212	3318	408.1	19.57	2566	供应商 X
09.09.16	硅粉	16.92	22.79	5685	4349	427.0	26.78	1671	供应商 X
09.09.16	硅粉	18.64	48.76	4648	2274	409.5	66.90	1553	供应商 X
09.09.19	硅粉	9.43	40.02	5160	2777	311.1	27.98	1536	供应商 X
09.09.19	硅粉	10.53	62.91	3683	2211	236.0	29.44	958	供应商 X
09.09.20	硅粉	8.37	42.02	4697	2650	277.4	3.58	1468	供应商 X
09.09.21	硅粉	8.83	63.73	6606	2673	349.5	68.81	2911	供应商 X
09.09.22	硅粉	4.60	36.56	2558	1128	106.6	28.33	1305	供应商 X
09.09.23	硅粉	16.35	15.88	4035	2751	340.9	16.11	1432	供应商 X
09.09.24	硅粉	14.56	66.46	4883	2986	339.3	371.64	1825	供应商 X
09.09.26	硅粉	21.30	44.79	6514	2785	354.4	100.90	3242	供应商 X
09.09.29	硅粉	18.21	48.46	4795	3635	415.6	24.32	1527	供应商 X
09.09.29	硅粉	20.63	38.88	3875	3555	391.0	80.31	1178	供应商 X
09.10.02	硅粉	14.55	31.28	4563	2164	321.6	32.54	1540	供应商 X
09.10.03	硅粉	14.92	57.48	5920	3360	441.3	144.95	2450	供应商 X
09.10.07	硅粉	14.30	95.52	5400	3352	415.8	366.21	2467	供应商 X
09.10.11	硅粉	26.14	58.91	4131	2531	305.4	45.11	1346	供应商 X
09.10.18	硅粉	39.43	75.07	6169	3870	489.3	68.60	1918	供应商 X
09.10.19	硅粉	28.92	45.03	4411	2774	291.3	15.54	1800	供应商 X
09.10.28	硅粉	17.21	42.07	5474	3055	449.6	32.65	1873	供应商 X
09.10.27	硅粉	23.18	30.44	5147	4108	462.5	28.13	1249	供应商 X
09.10.28	硅粉	17.38	35.04	3971	2114	267.7	56.97	2823	供应商 X
09.11.16	硅粉	21.90	50.39	5147	3600	376.7	62.43	1703	供应商 X
09.11.17	硅粉	24.66	67.82	3594	2862	382.7	34.28	679	供应商 X
09.11.29	硅粉	36.19	39.19	5402	3602	424.0	72.58	1935	供应商 X



NIST SRM 57a 硅标准物质结果回收率

元素	测定值, ug/mL	加入量, ug/mL	测定总值, ug/mL	回收率, %
Fe	52.34	20.00	71.05	93.6
Al	49.23	20.00	67.63	92.0

Ca	15.67	20.00	35.06	97.0
P	0.67	5.00	5.82	103
Cr	2.13	5.00	6.84	94.2
Ni	1.21	5.00	6.30	102
Cu	0.96	5.00	6.18	104
Ti	3.12	5.00	8.09	99.4
Mn	1.97	5.00	7.05	102
As	0.18	5.00	5.42	105
B	0.13	5.00	5.35	104
V	3.64	5.00	8.61	99.4
Zr	0.98	5.00	6.13	103

NIST SRM 57a 硅标准物质结果和精密度 (n=11)

元素	证书值, %	测定值, %	RSD, %
Fe	0.50±0.01	0.490	0.32
Al	0.47±0.02	0.480	0.29
Ca	0.17±0.03	0.170	0.67
P	0.003±0.001	0.003	1.21
Cr	0.024±0.004	0.025	0.89
Ni	0.008±0.002	0.009	1.22
Cu	0.004±0.001	0.004	1.31
Ti	0.040±0.005	0.038	0.85
Mn	0.015±0.002	0.016	0.82
As	0.001±0.004	0.001	2.08
B	0.001±0.004	0.001	3.23
V	0.013±0.003	0.014	1.06
Zr	0.002±0.003	0.002	1.62

### 3 结论

GB/T 14849.4-2008 是工业硅样品中钙、铝、铁等元素分析的国家标准方法, 由于样品处理中使用高沸点的高氯酸, 会造成磷、硼易挥发元素的消解损失, 本方法中试样在聚四氟乙烯烧杯中采用氢氟酸、逐滴加入硝酸的消解方式, 同时需要在消解过程中控制反应速度和温度, 并加入适量的甘露醇抑制磷、硼的损失。其中更重要的是, 样品前处理所用的硝酸、氢氟酸等试剂和样品前处理器皿将直接影响测量结果的准确性、重复性等数据指标, 因此需要严格的选择使用。

方法采用 iCAP PRO Duo ICP-OES 水平和垂直观测模式和耐氢氟酸进样系统, 对于硅粉样品中的多种杂质元素进行测定, 其快速、简单、准确的特点, 完全满足于工业硅样品中磷、硼、钙、铁等杂质元素的日常检测需求。

## iCAP PRO 系列 ICP-OES 测定浆料 (银浆, 铝浆) 中多种元素含量

### 引言

《晶体硅光伏电池用浆料 第 1 部分 背场铝浆》规定了 P 型晶体硅光伏电池铝浆的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存, 适用于 P 型晶体硅光伏电池背场铝浆。《晶体硅光伏电池用浆料 第 2 部分 背面银浆》规定了 P 型晶体硅光伏电池背面银浆的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存, 适用于 P 型晶体硅光伏电池背面银浆。《晶体硅光伏电池用浆料 第 3 部分 正面银浆》规定了晶体硅光伏电池用正面银浆的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存, 适用于制备晶体硅光伏电池正面电极的烧结型银浆。

### 1. 方法

#### 1.1 仪器 iCAP PRO ICP ( Thermo Scientific )

#### 1.2 试剂及标准品

硝酸, 氢氟酸, Fisher, trace metal grade

分析元素标准溶液（有色金属研究院）

### 1.3 标液测试溶液

标准曲线法 - 测试前配制分析元素标准溶液，标准曲线信息见曲线。

### 1.4 样品测定

浆料：准确称取一定样品（精确至 0.0001）于消解瓶中，加入混酸后加热溶解样品，样品溶解完全澄清透明后，以超纯水定容，摇匀后即待测溶液。并按同法制备试剂空白。

### 1.5 仪器参数

仪器型号	iCAP PRO	等离子参数	
		泵速	45 rpm
进样系统		RF 功率	1150 W
附件		雾化气	0.60 L/min
中心管	2.0mm	辅助气	0.5L/min
雾室	旋流型	冷却气	12.5 L/min
雾化器	同心	积分时间	15 Seconds

## 2. 分析结果

### 2.1 标准曲线（横坐标：溶液，纵坐标：强度）

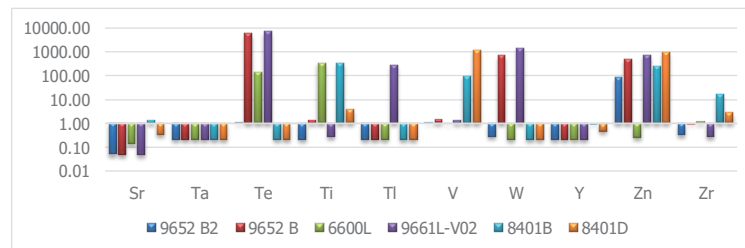
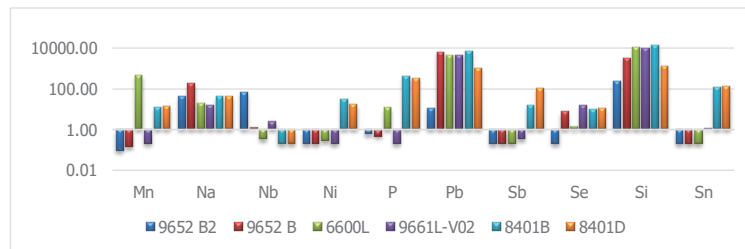
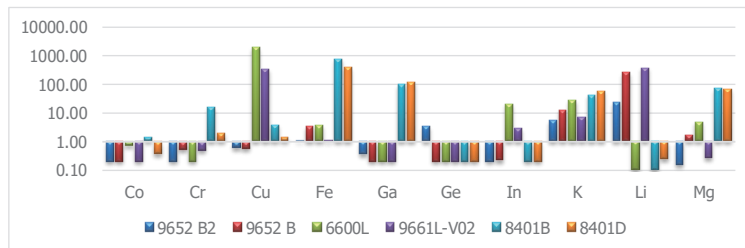
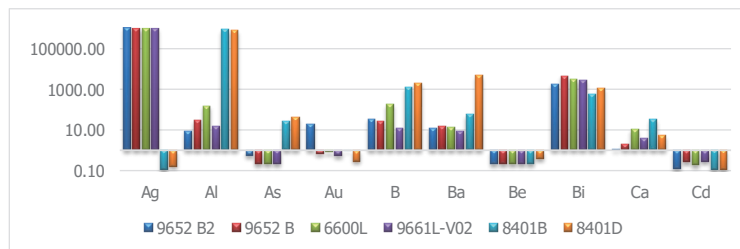
元素、波长和级次	相关系数	标准错误	MDL	MQL	状态	再修正		QC标准	
						斜率	Y-int	斜率因子	偏离
W 209.860 (161)	0.999961	0.076595	0.014875	0.049583	确定	1.000000	0.000000	1	0
Si 251.611 (134)	0.999229	10.634543	0.001482	0.004940	确定	1.000000	0.000000	1	0
Sb 206.833 (163)	0.999981	0.154584	0.006563	0.021878	确定	1.000000	0.000000	1	0
Sn 283.999 (119)	0.999691	0.760124	0.011777	0.039257	确定	1.000000	0.000000	1	0
Y 371.030 (91)	0.999670	193.45717	0.000112	0.000373	确定	1.000000	0.000000	1	0
Au 267.595 (126)	0.999978	1.338811	0.002116	0.007053	确定	1.000000	0.000000	1	0
Ag 328.068 (103)	1.000000	0.776714	0.000849	0.002831	确定	1.000000	0.000000	1	0
Ga 294.364 (114)	0.999991	0.896756	0.003273	0.010909	确定	1.000000	0.000000	1	0
Ge 265.118 (127)	0.999995	0.711101	0.002615	0.008717	确定	1.000000	0.000000	1	0
In 325.609 (103)	0.999999	0.220562	0.005750	0.019165	确定	1.000000	0.000000	1	0
Te 214.281 (157)	0.999996	0.172699	0.005779	0.019264	确定	1.000000	0.000000	1	0
Ti 351.924 (96)	0.999996	0.189584	0.015829	0.052765	确定	1.000000	0.000000	1	0
Tl 336.121 (100)	0.999999	6.895832	0.000191	0.000638	确定	1.000000	0.000000	1	0
Ta 240.063 (140)	1.000000	0.270775	0.001683	0.005610	确定	1.000000	0.000000	1	0
Nb 316.340 (106)	0.999999	1.393573	0.000914	0.003045	确定	1.000000	0.000000	1	0
Zr 339.198 (99)	1.000000	0.387318	0.000295	0.000984	确定	1.000000	0.000000	1	0
Al 396.152 (85)	0.999993	4.414904	0.001238	0.004126	确定	1.000000	0.000000	1	0
As 197.262 (171)	0.999920	0.201767	0.012679	0.042262	确定	1.000000	0.000000	1	0
B 208.959 (162)	0.999998	0.072613	0.003333	0.011109	确定	1.000000	0.000000	1	0
Be 234.861 (143)	1.000000	0.465456	0.000046	0.000153	确定	1.000000	0.000000	1	0
Bi 223.061 (151)	1.000000	0.049907	0.006177	0.020589	确定	1.000000	0.000000	1	0
Ca 317.933 (106)	0.999998	3.762349	0.000508	0.001693	确定	1.000000	0.000000	1	0
Cd 228.802 (147)	0.999998	1.772619	0.000390	0.001299	确定	1.000000	0.000000	1	0
Co 228.616 (147)	0.999999	1.262997	0.000434	0.001445	确定	1.000000	0.000000	1	0
Cr 267.716 (126)	0.999997	2.877202	0.000420	0.001399	确定	1.000000	0.000000	1	0
Cu 324.754 (104)	0.999999	2.631958	0.000480	0.001601	确定	1.000000	0.000000	1	0
Fe 238.204 (141)	0.999993	5.495397	0.000314	0.001047	确定	1.000000	0.000000	1	0
K 766.490 (44)	0.999883	107.45546	0.000565	0.001883	警告	1.000000	0.000000	1	0
Li 610.362 (55)	0.999921	65.841902	0.000826	0.002752	警告	1.000000	0.000000	1	0
Mg 280.270 (120)	0.999911	121.79848	0.000021	0.000069	确定	1.000000	0.000000	1	0
Mn 279.482 (120)	1.000000	0.087689	0.001567	0.005222	确定	1.000000	0.000000	1	0
Na 589.592 (57)	0.999913	211.04386	0.000216	0.000720	警告	1.000000	0.000000	1	0
Ni 231.604 (146)	0.999993	0.983628	0.001014	0.003380	确定	1.000000	0.000000	1	0
P 213.618 (158)	0.999994	0.131372	0.007526	0.025086	确定	1.000000	0.000000	1	0
P 214.914 (157)	0.999998	0.048726	0.011273	0.037575	确定	1.000000	0.000000	1	0
Pb 220.353 (153)	0.999999	0.175745	0.002475	0.008251	确定	1.000000	0.000000	1	0
Se 196.090 (172)	0.999954	0.164940	0.008626	0.028753	确定	1.000000	0.000000	1	0
Sr 421.552 (80)	0.999914	255.28148	0.000026	0.000086	确定	1.000000	0.000000	1	0
V 310.230 (109)	0.999998	3.894358	0.000390	0.001300	确定	1.000000	0.000000	1	0
Zn 206.200 (163)	1.000000	0.778349	0.000236	0.000788	确定	1.000000	0.000000	1	0

### 2.2 测量结果

元素, mg/kg	Ag	Al	As	Au	B	Ba	Be	Bi	Ca	Cd
9652 B2	993727.05	9.06	0.54	0.85	35.36	12.52	<0.50	1898.71	1.16	0.12
9652 B	952380.95	30.54	<0.50	<0.50	25.95	14.38	<0.50	4627.88	2.13	0.25
6600L	950693.61	153.35	<0.50	0.75	184.71	12.85	<0.50	3060.92	10.75	0.18
9661L-V02	967614.53	14.53	<0.50	<0.50	12.26	8.93	<0.50	2807.27	3.93	0.27
8401B	4.85	844970.99	25.92	0.95	1202.51	55.11	<0.50	618.76	32.05	<0.10
8401D	5.62	827319.59	40.96	<0.50	2044.01	4793.81	<0.50	1104.48	5.55	<0.10

元素, mg/kg	Co	Cr	Cu	Fe	Ga	Ge	In	K	Li	Mg
9652 B2	<0.50	<0.50	0.60	1.07	0.35	3.53	<0.50	5.46	23.56	0.15
9652 B	<0.50	0.52	0.55	3.53	<0.50	<0.50	<0.50	13.07	259.38	1.77
6600L	0.74	<0.50	2040.11	3.72	<0.50	<0.50	20.69	27.71	<0.10	4.83
9661L-V02	<0.50	<0.50	350.24	1.14	<0.50	<0.50	2.94	7.25	378.04	0.27
8401B	1.41	15.73	3.97	782.59	98.34	<0.50	<0.50	44.66	<0.10	72.03
8401D	0.38	2.04	1.43	400.08	122.09	<0.50	<0.50	58.82	0.24	68.26
元素, mg/kg	Mn	Na	Nb	Ni	P	Pb	Sb	Se	Si	Sn
9652 B2	0.09	42.14	69.08	<0.50	0.55	11.29	<0.50	<0.50	248.32	<0.50
9652 B	0.14	172.19	1.23	<0.50	<0.50	6311.89	<0.50	7.38	3226.11	<0.50
6600L	458.23	20.66	0.32	<0.50	11.99	4286.79	<0.50	1.36	11417.37	<0.50
9661L-V02	0.21	15.99	2.39	<0.50	<0.50	4597.16	<0.50	15.29	9477.09	1.17
8401B	11.84	40.43	<0.50	30.60	416.83	6676.98	15.38	9.34	14491.30	116.11
8401D	14.27	41.63	<0.50	17.25	314.63	1055.31	111.16	11.34	1395.32	128.01
元素, mg/kg	Sr	Ta	Te	Ti	Tl	V	W	Y	Zn	Zr
9652 B2	0.05	<0.50	1.10	<0.50	<0.50	1.06	<0.50	<0.50	84.15	0.50
9652 B	0.05	<0.50	5797.86	1.39	<0.50	1.42	676.29	<0.50	500.95	0.91
6600L	0.14	<0.50	142.29	352.68	43.7	0.98	<0.50	<0.50	0.24	1.18
9661L-V02	0.05	<0.50	7181.67	0.27	347.04	1.37	1422.43	<0.50	716.90	0.27
8401B	1.37	<0.50	<0.50	339.46	1.78	97.50	<0.50	0.91	252.03	16.29
8401D	0.32	<0.50	<0.50	3.73	2.21	1173.47	<0.50	<0.50	955.79	2.80

### 2.3 样品中各元素分布趋势





# iCAP PRO 系列 ICP-OES 测定光伏玻璃 - 纯碱中磷硼元素

## 引言

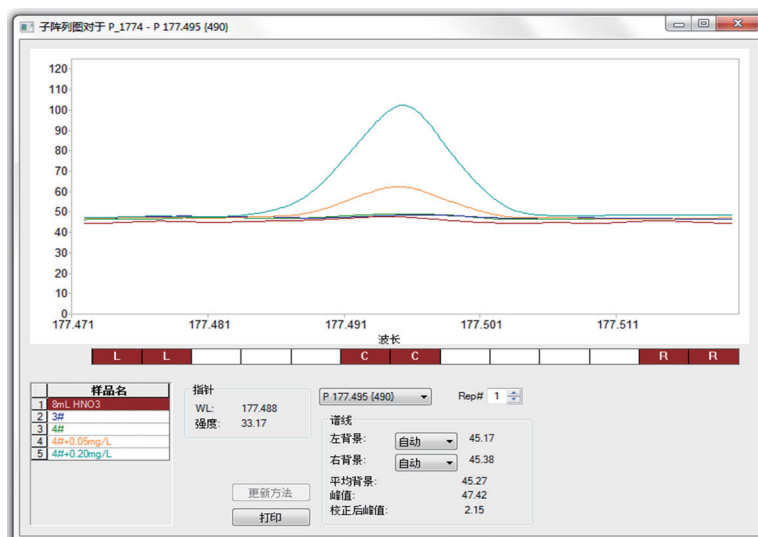
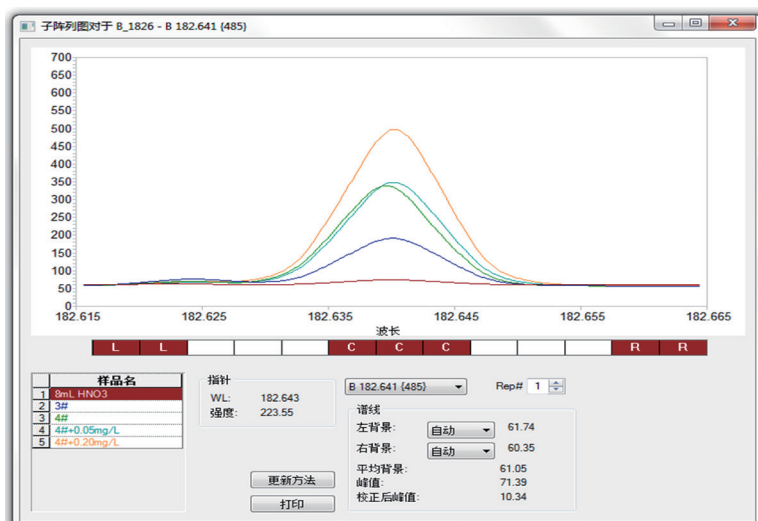
前面提过，光伏玻璃的主要原料成分除包括石英砂，还有纯碱，其主要作用是提供氧化钠，主要用于降低玻璃的熔制温度，受太阳能电池的工作原理决定，行业中对纯碱原料中的磷、硼含量具有较高的关注度，由于样品特性所决定，我们采用了 iCAP PRO ICP-OES 对其中的磷、硼含量进行了精准测试：

## 样品测定

准确称取 5g 左右样品（精确至 0.0001g）于 PP 样品瓶中，加入 20mL 超纯水溶解样品，再加入约 8mL Trace Metal 硝酸中和溶液至酸性，中和反应完成后，最后采用超纯水定容至 50mL 容量瓶中。

由于存在严重的碱金属基体效应，因此样品测试采用标准加入法测试完成，加标浓度为 0.00mg/L、0.05mg/L、0.20mg/L、0.50mg/L。

样品编号	称样量, g	定容体积, mL	B, mg/L	P, mg/L
4#	4.5224	50	0.2829	0.0052
4#+0.05mg/L	4.5224	50	0.3331	0.0556
+0.05mg/L 回收率			100.4%	100.8%
4#+0.20mg/L	4.5224	50	0.4839	0.2022
+0.20mg/L 回收率			100.5%	98.5%



## iCAP RQ plus ICP-MS 测定三氯氢硅中杂质

三氯氢硅作为生产高纯度多晶硅的中间产品，其物理性质表现为常温常压下具有强烈刺激性气味、有毒、易挥发（沸点为 31.8℃）、易燃烧并发生爆炸危险的无色透明液体，挥发蒸汽与空气中的水份接触迅速生成二氧化硅颗粒和氯化氢的白色烟雾。

### 样品处理方法：

1. 水解法，将三氯氢硅水解生成二氧化硅以氢氟酸溶解后进行痕量杂质元素的测定
2. 挥发法，将三氯氢硅在惰性气体保护条件挥发除去基体后进行痕量杂质元素的测定

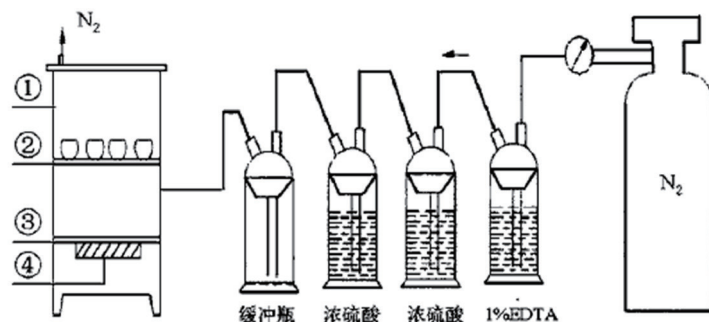


图 1 挥发器示意图

①石墨挥发器；②石墨筛板；③石墨挥发器；④电炉。

测试中根据三氯氢硅样品视实际样品含量取样，样品置于带罩挥发器中的 PFA 坩埚中，向挥发器中通入净化后的高纯氮气，用自然蒸发或低温加热的方法将主体三氯氢硅除去，之后用氢超纯氟酸将残留的二氧化硅除去，再以超纯硝酸和高纯去离子溶解盐类，之后定容于 PFA 试管中待测。

样品	元素	称样量	定容体积	测定值	单位
三氯氢硅-出厂检测	31 P	50	10	4.191	ppb
三氯氢硅-出厂检测	63 Cu	50	10	1.395	ppb
三氯氢硅-出厂检测	57 Fe	50	10	288.907	ppb
三氯氢硅-出厂检测	44 Ca	50	10	22.579	ppb
三氯氢硅-出厂检测	27 Al	50	10	50.709	ppb
三氯氢硅-出厂检测	48 Ti	50	10	0.374	ppb
三氯氢硅-出厂检测	11 B	50	10	52.952	ppb

## iCAP RQ plus ICP-MS 测定多晶硅表面杂质

多晶硅是生产单晶硅的直接原料，是当代人工智能、自动控制、信息处理、光电转换等半导体器件的电子信息基础材料，被称为“微电子大厦的基石”。当在单晶硅中掺入微量的第 IIIA 族元素，形成 P 型硅半导体；掺入微量的第 VA 族元素，形成 N 型和 P 型半导体结合在一起，就可做成太阳能电池，将辐射能转变为电能。

### 实验部分：

GB/T 24582 多晶硅表面金属杂质的 ICP-MS 测定方法，实验要求样品总重量约为 300g 左右，分成 6 块，每块大小约为 3×3×3cm，每块 50g；六块中至少 3 块要有外表面，避免交叉干扰，把硅块放进干净的 PFA 或 PTFE 瓶，用酸消解液覆盖，在通风橱加热并且硅块的表面被腐蚀。然后把硅块从消解液中去取出，在电热板上把消解液蒸干，在蒸干的消残渣中加入 0.5mL 5% HNO<sub>3</sub> 和 9.5mL H<sub>2</sub>O，然后再分析其中的微量杂质元素。

表 13 ICP-MS 仪器条件和分析参数

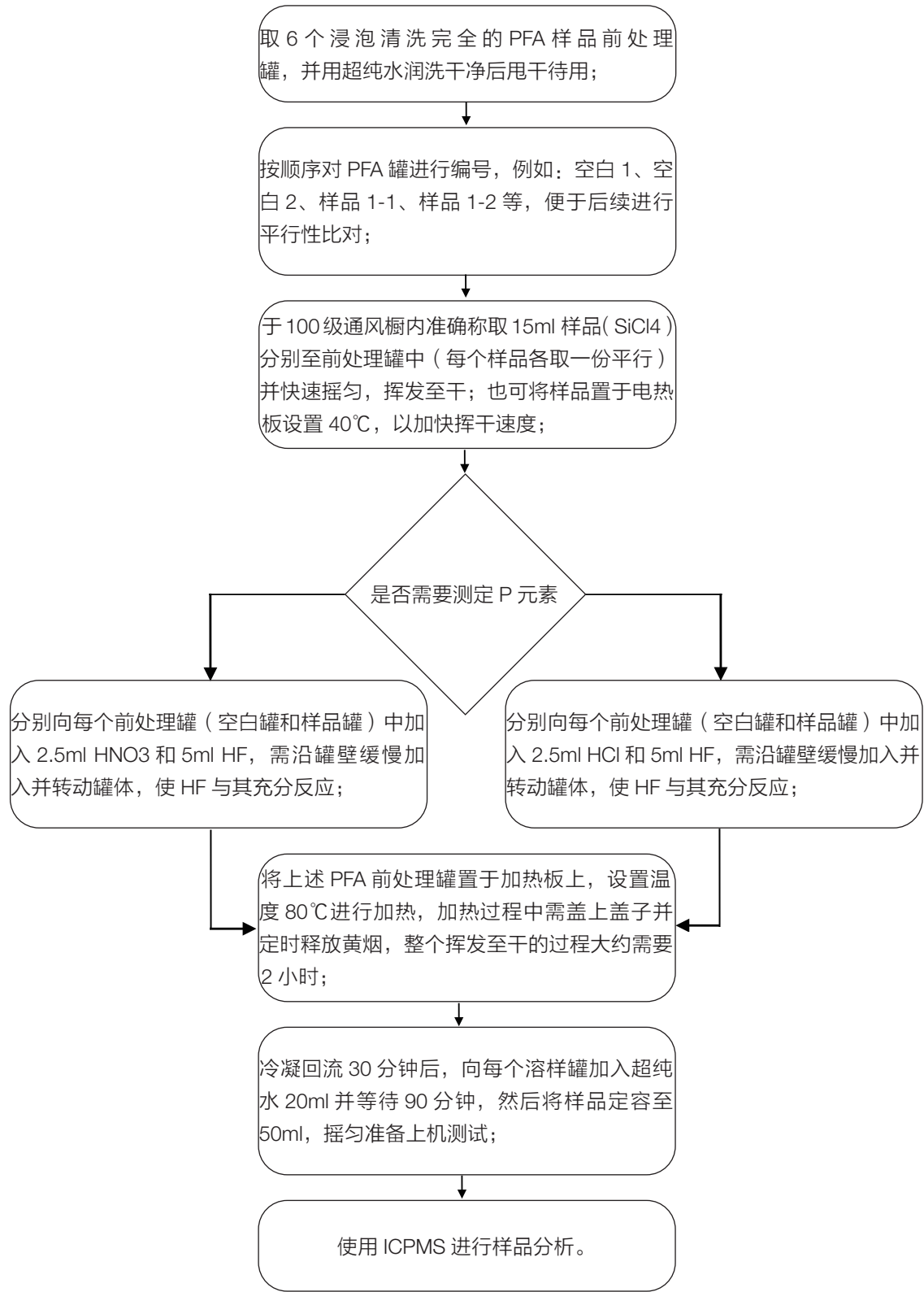
仪器条件	设置条件
冷焰工作模式 RF 功率	500W
冷焰工作模式雾化气	0.91L/min
正常工作模式 RF 功率	1300W
正常工作模式雾化气	0.86L/min
锥口	铂锥
进样系统	PFA 全套惰性进样系统

## 结果与讨论:

表 14 多晶硅样品结果

元素	As, ng/L	P, ng/L	Fe, ng/L	Al, ng/L	Ca, ng/L	Ti, ng/L
样品	0.95	180	0.93	0.39	1.26	1.08
元素	B, ng/L	Cu, ng/L	Mn, ng/L	Pb, ng/L	Zn, ng/L	Cr, ng/L
样品	4.50	0.39	0.31	0.63	0.96	0.20
元素	Sn, ng/L	Sb, ng/L	Ni, ng/L	---		
样品	0.47	0.11	0.5	---		

# iCAP RQ plus ICP-MS 测定四氯氢硅中杂质



## 注意事项

- 1、样品制备前必须保证 PFA 溶样罐的干燥，必要时可先将溶样罐进行加热烘干；
- 2、样品挥发时应保证加热板温度不要过高，以保证挥发的均匀性，并保证洁净工作台内的温度不要过高；
- 3、加入 HF 时会导致较剧烈的反应，因大量放热会导致溶样罐壁局部出现较烫的情况，需要注意 HF 加入的速度；
- 4、整套样品制备过程需全部在洁净工作台内进行，并佩戴好防护器具以保证操作安全；
- 5、使用完的 PFA 溶样罐及容量瓶需置于 2% 硝酸缸内浸泡清洗。

根据元素种类选择合适的分析模式，包括：Cold Plasma（冷等离子体模式），STD（标准模式），KED（碰撞模式）或 CCT（反应模式）等等。

	<sup>7</sup> Li	<sup>24</sup> Mg	<sup>27</sup> Al	<sup>40</sup> Ca	<sup>52</sup> Cr	<sup>55</sup> Mn	<sup>56</sup> Fe	<sup>59</sup> Co	<sup>60</sup> Ni	<sup>63</sup> Cu	<sup>66</sup> Zn
	Cold	Cold	Cold	Cold	Cold	Cold	Cold	Cold	Cold	Cold	Cold
KB-1	0.09	11.07	17.44	63.07	0.27	0.44	45.64	1.31	1.34	0.32	0.24
KB-2	0.05	10.53	17.28	68.47	0.67	0.41	46.64	1.52	1.13	0.28	0.28
Sample-1	0.07	7.32	8.85	44.14	2.66	0.14	46.52	1.24	13.81	181.85	8.78
Sample-2	0.06	6.94	8.27	23.02	2.32	0.09	40.64	1.00	14.12	150.49	8.97

※ 单位：ng/L

## iCAP RQ plus ICP-MS 测定光伏玻璃 - 石英砂中杂质元素

光伏玻璃的主要原料成分包括石英砂、纯碱、石灰石、白云石、硝酸钠、芒硝、焦锑酸钠、氢氧化铝等。石英砂主要是起着网络形成体的作用，用量通常占据玻璃组分的大半，由于晶硅太阳能电池本身机械强度差，容易破裂，空气中的水分和腐蚀性气体会逐渐氧化和锈蚀电极，无法承受露天工作的严酷条件，为此，太阳能电池通常采用光伏玻璃通过 EVA 和背板进行封装。光伏玻璃在光伏组件中起到保护电池不受水气侵蚀、阻隔氧气防止氧化、耐高低温、良好的绝缘性和耐老化性能，光伏玻璃必须具备良好的透光率，通常而言，未镀膜的钢片的透光率（380nm~1100nm 波长范围）通常在 91% 以上，因此，对于杂质含量的控制具有严格的限制。

实验通过 iCAP RQ plus ICP-MS 对石英砂中多种杂质元素进行了准确测定，结果如下：

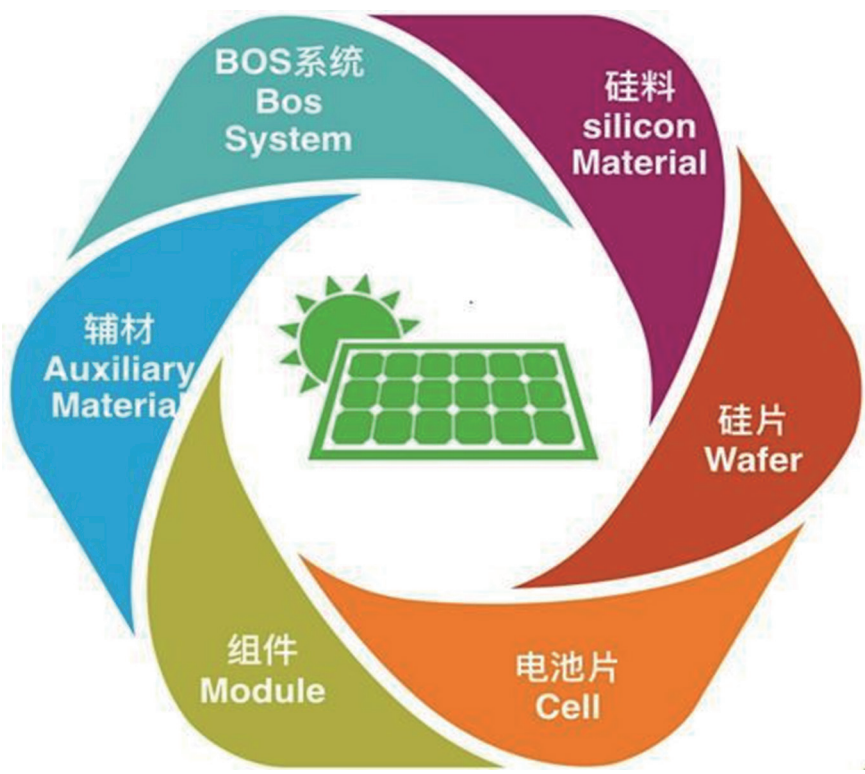
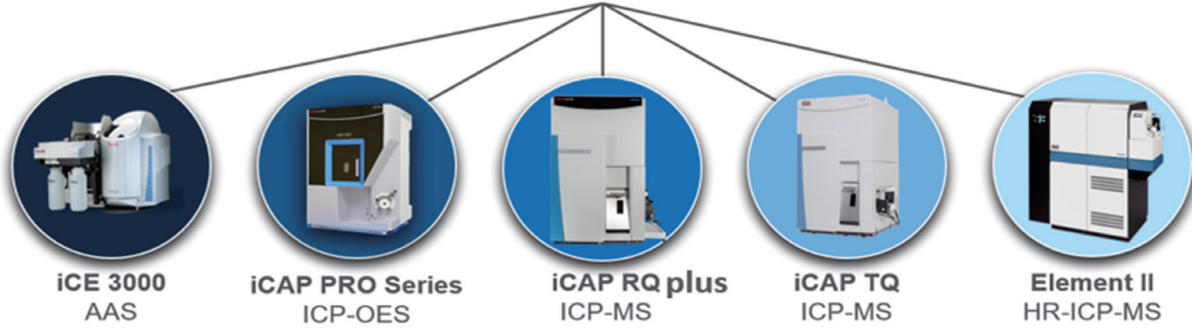
iCAP RQ plus ICPMS 具备一键式仪器设置功能，设置后可自动运行个性化 TUNE 程序，并完成 Performance Report。一键仪器设置和直观分析工作流程，为操作人员简化了实验步骤并避免出错，同时自动和记录监控仪器状态，确保了操作的一致性和结果的重现性。

元素	Al, ug/g	B, ug/g	Ca, ug/g	Co, ug/g	Cr, ug/g	Cu, ug/g
1#	6.609	0.422	7.258	0.006	0.101	0.525
2#	7.819	0.390	225.7	0.003	0.052	0.061
元素	Fe, ug/g	K, ug/g	Li, ug/g	Mg, ug/g	Mn, ug/g	Na, ug/g
1#	2.960	0.369	0.124	0.175	0.021	0.658
2#	0.732	0.260	0.446	0.811	0.026	0.566
元素	Ni, ug/g	Pb, ug/g	Ti, ug/g	V, ug/g	Zn, ug/g	---
1#	0.316	0.007	1.498	0.004	0.163	---
2#	0.092	0.019	1.514	0.002	0.058	---



A Complete Trace Elemental Analysis Portfolio For Photovoltaic Industry

Sensitive, accurate, and easy to use





## 赛默飞世尔科技

---

### 上海

上海市浦东新区新金桥路27号3,6,7号楼  
邮编 201206  
电话 021-68654588\*2570

### 北京

北京市东城区北三环东路36号环球贸易中心C座7层/8层  
邮编 100000  
电话 010-87946888

### 广州

广州国际生物岛寰宇三路36、38号合景星辉广场北塔204-206 单元  
邮编 510000  
电话 020-82401600

### 成都

成都市临江西路1号锦江国际大厦1406 室  
邮编 610041  
电话 028-65545388\*5300

### 沈阳

沈阳市沈河区惠工街10号卓越大厦3109 室  
邮编 110013  
电话 024-31096388\*3901

### 西安

西安市高新区科技路38号林凯国际大厦  
1006-08单元  
邮编 710075  
电话 029-84500588\*3801

### 南京

南京市中央路201号南京国际广场南楼1103室  
邮编 210000  
电话 021-68654588\*2901

### 武汉

武汉市东湖高新技术开发区高新大道生物园路  
生物医药园C8栋5楼  
邮编 430075  
电话 027-59744988\*5401

### 昆明

云南省昆明市五华区三市街6号柏联广场写字  
楼908单元  
邮编 650021  
电话 0871-63118338\*7001

---

欲了解更多信息，请扫描二维码关注我们的微信公众账号

赛默飞世尔科技在全国有共21个办事处。本资料中的信息，说明和技术指标如有变更，恕不另行通知。



赛默飞  
官方微信



赛默飞质谱中国

热线 800 810 5118  
电话 400 650 5118  
[www.thermofisher.com](http://www.thermofisher.com)

**ThermoFisher**  
SCIENTIFIC