

## 微波消解-ICP-OES 法测定电子级硼铝掺杂源中多种金属元素

孟宪冬,王连旺,孟蓉\*

(北京化学试剂研究所有限责任公司,北京 102607)

**摘要:**建立一种微波消解-电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES)测定电子级硼铝掺杂源中多种金属元素的测试方法。称样量为 2.0 g(精确至 $\pm 0.001$  g),样品中加入 6 mL 硝酸,升温速率 10  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ,消解温度为 180  $^{\circ}\text{C}$ ,消解时间 30 min。用 ICP-OES 标准加入法进行测定。硼铝掺杂源中钠元素在 0~10 mg/L 范围、其余 11 种金属元素在 0~5 mg/L 范围内与光谱强度线性关系良好,相关系数均大于 0.999 0。采用该方法,测定样品的精密度为 1.73%~7.71%( $n=7$ ),加标回收率为 93.0%~106%,分析结果准确度高,稳定性好,适用于电子级硼铝掺杂源中多种金属元素的测定。

**关键词:**微波消解;ICP-OES;电子级;硼铝掺杂源;金属元素

中图分类号:O652.1 文献标识码:A 文章编号:0258-3283(2023)03-0120-06

DOI:10.13822/j.cnki.hxsj.2022.0721

**Determination of Various Metallic Elements in Electronic Grade Boron-aluminum Spin-on Dopant by Microwave Digestion-inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry** MENG Xian-dong, WANG Lian-wang, MENG Rong\* (Beijing Institute of Chemical Reagents Co., Ltd., Beijing 102607, China)

**Abstract:** A microwave digestion-inductively coupled plasma emission spectrometry (ICP-OES) method has been developed for the determination of various metallic elements in electronic-grade boron-aluminum spin-on dopant. The sample weight was 2.0 g (accurate to  $\pm 0.001$  g), 6 mL nitric acid was added into the sample, the heating rate was 10  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , the digestion temperature was 180  $^{\circ}\text{C}$ , and the digestion time was 30 min, determined by ICP-OES standard addition method. The sodium element in the boron-aluminum spin-on dopant was in the range of 0~10 mg/L, and the other 11 metal elements were in the range of 0~5 mg/L had a good linear relationship with the spectral intensity, and the correlation coefficients were all greater than 0.999 0. Using this method, the precision of the samples was 1.73%~7.71% ( $n=7$ ), the recovery rate of standard addition was 93.0%~106%, and the analytical results had high accuracy and good stability. It is suitable for the determination of various metal elements in electronic-grade boron-aluminum spin-on dopant.

**Key words:** microwave digestion; ICP-OES; electronic grade; boron-aluminum spin-on dopant; metal element

随着晶硅太阳能电池技术的进步,新型 P 型扩散技术成为研究的热点,Bruschi 等<sup>[1]</sup>以 PBF20 为源研究了不同扩散条件下硼的扩散性能,但仍然存在不足。因此,为了满足国内市场需求,研发新型扩散源成为我公司近年来重要的科研项目。传统的硼掺杂源产品利用单一硼原子扩散形成 P--N 结,而硼铝两种原子扩散系数存在差异,容易形成 P+-P 结,能够改善 P--N 结的性能,提高器件的内在质量,因此新型硼铝扩散源将得到越来越广泛的应用。

目前,我公司新型硼铝掺杂源已进入了批量生产阶段,迅速准确的检测方法是控制产品质量的有效手段,尤其对于电子产品中金属元素的检测。目前,测试金属元素的方法很多,如分光光度法<sup>[2,3]</sup>、原子吸收光谱法<sup>[4-6]</sup>、电感耦合等离子体发射光谱法(Inductively coupled plasma-optical emission spectrometry, ICP-OES)<sup>[7-9]</sup>、电感耦合等

离子体质谱法(Inductively coupled plasma-mass spectrometry, ICP-MS)<sup>[10]</sup>等。分光光度法和原子吸收法仪器造价低,但通常一次只能分析一种元素。ICP-MS 性能优越且一次能测试多种金属元素,但缺点是仪器价格昂贵。对于新型硼铝掺杂源样品,ICP-OES 在灵敏度及多元素测定上具有明显优势,是一种节能省时的检测方法。该方法要求样品为低有机、低盐水溶液,而硼铝源特殊,是由有机硼聚合物、铝盐、有机溶剂组成,由于有

收稿日期:2022-09-23;网络首发日期:2022-12-26

作者简介:孟宪冬(1988-),女,天津蓟县人,学士,工程师,主要研究方向为化学试剂的分析与检测。

通讯作者:孟蓉, E-mail:848976731@163.com。

引用本文:孟宪冬,王连旺,孟蓉.微波消解-ICP-OES 法测定电子级硼铝掺杂源中多种金属元素[J].化学试剂,2023,45(3):120-125。

机物含量太高,并且还有高分子聚合物,所以不能直接稀释样品进入仪器进行检测,需要对样品进行前处理<sup>[11]</sup>。传统的前处理方法-硫酸高温灰化法虽操作简单、适用范围广,但也存在明显的缺点,即灰化时间长,引起易挥发待测元素的挥发损失甚至完全损失,待测元素沾壁及滞留在酸不溶性颗粒上的损失,易引入污染等。为了满足硼铝源检测的需求,摸索、应用一种高效率的样品前处理方法是至关重要的<sup>[12]</sup>。韦如凤等<sup>[13]</sup>详细地论述了微波消解技术的优点和功能特点以及在分析化学中的应用,该技术特别适用于有机样品和含有易挥发元素样品的前处理。微波消解作为“绿色化学反应技术”<sup>[14]</sup>,具备污染小、回收率高、消解速度快以及消解完全等特点,将其与 ICP-OES 联用<sup>[15-18]</sup>来测定硼铝源中的金属元素,得到的结果准确度高,稳定性好,解决了砷、汞等易挥发元素的损失问题,能够满足新型硼铝扩散源中金属元素的分析检测要求。

## 1 实验部分

### 1.1 主要仪器与试剂

Multiwave 5000 型微波消解仪(奥地利安东帕(中国)有限公司);BHW-09A20 型恒温消解仪(上海博通化学科技有限公司);Avio 200 型电感耦合等离子体发射光谱仪(美国珀金埃尔默公司);XS205 型电子天平(瑞士梅特勒-托利多公司);Milli-Q 7000 型超纯水系统(德国默克密理博公司);HWL-12XC 型箱式电阻炉(山东华威炉业有限公司);30 mL 石英坩埚、10 mL 容量瓶、100 mL 容量瓶(博美玻璃仪器有限公司)。

硼铝源 BAl-08、硝酸、硫酸(BV-Ⅲ级高纯试剂,北京化学试剂研究所有限责任公司);钠(Na)、钾(K)、镁(Mg)、锰(Mn)、铁(Fe)、镍(Ni)、铜(Cu)、锌(Zn)、铅(Pb)、金(Au)、汞(Hg)、砷(As)单元素标准溶液(国家有色金属及电子材料分析测试中心);超纯水(电阻率 18.2 MΩ·cm,超纯水机制)。

### 1.2 样品前处理

准确称取 2.0 g(精确至±0.001 g)硼铝源样品置于聚四氟乙烯消解罐中,加入 6 mL 硝酸,将消解罐密封放入转子中,在微波消解仪中进行消解。升温速率:10 °C/min,目标温度:180 °C,保持 30 min。待消解完成后,冷却至 70 °C,取出进行排气,排气操作需要在通风橱中完成。排气后打

开消解罐瓶盖,将消解罐放入恒温消解仪中,进行赶酸操作。消解罐中溶液近干时,转移至 10 mL 容量瓶中,待用。

### 1.3 溶液的配制

#### 1.3.1 体积分数 2%硝酸溶液的配制

取 2 体积浓硝酸置于 98 体积超纯水中,摇匀,备用。

#### 1.3.2 标准工作液配制

将钠标准溶液(1 000 μg/mL)稀释 10 倍,配制成 100 μg/mL 的溶液 a,其余 11 种元素标准溶液配制成各元素浓度均为 10 μg/mL 的混合溶液 b,以硼铝源 BAl-08 为基体样品配制标准加入法系列,取 4 份消解后的 BAl-08 样品,分别向其中加入溶液 a 和溶液 b,配制成钠元素浓度为 0、0.5、1.0、2.0 μg/mL,其余 11 种元素浓度为 0、0.1、0.5、1.0 μg/mL 的标准工作液,用 2%硝酸溶液定容至 10 mL。

### 1.4 仪器工作条件

Avio 200 型电感耦合等离子体发射光谱仪工作条件:射频功率(RF):1 300 W;雾化气:流量为 0.55 L/min;等离子气:流量为 12 L/min;辅助气:流量为 0.2 L/min;稳定延时:15 s;测量次数:3 次;观测方式:轴向观测。

## 2 结果与讨论

### 2.1 称样量的确定

硼铝源为高分子有机样品,含有大量有机溶剂,由于其具有挥发性,且部分金属元素含量较低,称样量不能太少。称样量太大,容易造成消解罐内压力过高,同时给消解带来困难。在保证既能消解完全,又不影响金属元素测定的前提下,最终取样量确定为 2.0 g。

### 2.2 消解试剂的选择

金属测定的前处理常用的消解试剂包括硝酸、盐酸、硫酸、氢氟酸及其混合试剂等。硝酸是一种强氧化剂,能氧化侵蚀金属和有机物质,使之成为可溶性的硝酸盐,是氧化有机物的典型酸。主要用于脂肪、饮料、蛋白质、聚合物的消解;硫酸是许多物质的有效溶剂,可破坏几乎所有的有机化合物,进行快速脱水碳化,但必须严格监控其温度,因为其沸点超过许多微波消解仪内罐的限制温度,多数情况下作为一种辅助酸;氢氟酸适用于消解含硅样品,它会对矩管和中心喷射管等配件产生强烈的腐蚀作用,且使用过程中存在很大的

安全隐患;盐酸中的氯离子会使部分金属生成难溶金属氯化物,结合样品本身特性,最终选择硝酸作为消解剂。

### 2.3 微波消解程序的选择

取同一批硼铝源(BAL-08)样品,在不同微波消解程序下进行消解,通过观察消解后样品状态,可以初步判断是否消解完全。在消解程序 A、B 下,样品明显浑浊,没有形成均匀的溶液,说明消解不完全。在消解程序 C 下,样品略显浑浊。在消解程序 D、E 下,形成了透明的溶液,初步断定消解完全。在 1.4 的仪器工作条件下对 C、D、E 程序下处理的样品进行部分金属钠、铁、铜含量的检测,通过相对标准偏差来确定最佳的消解程序。微波消解程序见表 1,测定结果见表 2。

表 1 微波消解程序

Tab.1 Microwave digestion program

程序	升温速率/ ( $^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ )	目标 温度/ $^{\circ}\text{C}$	终点保 持时间/ min	样品消解结果
A	10	120	20	赶酸后溶液浑浊,消解不彻底
B	10	150	20	赶酸后溶液浑浊,消解不彻底
C	10	150	30	赶酸后溶液略显浑浊,消解不彻底
D	10	180	30	赶酸后溶液澄清透明
E	10	180	40	赶酸后溶液澄清透明

表 2 不同消解程序下测得钠、铁、铜含量

Tab.2 Contents of sodium, iron and copper determined under different digestion program (mg/L)

程序	元素	1 <sup>#</sup>	2 <sup>#</sup>	3 <sup>#</sup>	4 <sup>#</sup>	5 <sup>#</sup>	6 <sup>#</sup>	7 <sup>#</sup>	RSD/ %
C	Na	4.845	4.320	4.355	4.635	4.180	4.565	4.285	5.26
	Fe	1.135	0.995	0.940	1.115	1.225	1.270	0.945	11.6
	Cu	0.325	0.375	0.315	0.390	0.330	0.385	0.405	10.1
D	Na	6.555	6.910	6.835	6.615	6.780	6.750	6.435	2.52
	Fe	1.650	1.515	1.605	1.700	1.590	1.535	1.725	4.90
	Cu	0.650	0.645	0.630	0.680	0.690	0.695	0.685	3.84
E	Na	6.765	6.510	6.680	6.925	6.630	6.855	6.640	2.13
	Fe	1.525	1.645	1.620	1.690	1.705	1.560	1.715	4.48
	Cu	0.650	0.675	0.640	0.645	0.685	0.695	0.665	3.16

由表 1、表 2 可知,消解过后,如果样品没有形成无色透明的溶液,证明消解不完全,得到的结果数值偏低,稳定性差。在消解程序 D 和 E 的条件下测得的数据平行性都较好,相对标准偏差并无显著差异。从经济省时角度出发,最终选择消解程序 D 即升温速率  $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ,升至  $180\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,保持  $30\text{ min}$  作为硼铝源样品的微波消解条件。

### 2.4 干扰及消除

#### 2.4.1 光谱干扰及消除

在 ICP-OES 分析测定中,光谱干扰是其最严重的干扰。光谱干扰主要分为两类,一类是谱线重叠干扰,它是由于光谱仪色散率和分辨率的不足,使某些共存元素的谱线重叠在分析线上的干扰。因此,分析线的选择尤为重要。在本方法中,对每个元素选取仪器推荐的灵敏度高、干扰少的谱线作为分析线(表 3),获得了较好的灵敏度。另一类是背景干扰,这类干扰与基体成分及 ICP 光源本身所发射的强烈的杂散光的影响有关。背景干扰主要通过仪器本身的背景校正技术予以扣除。

表 3 ICP-OES 测定分析线的选择

Tab.3 Selection of ICP-OES analysis line

元素	Na	K	Mg	Mn	Fe	Ni
波长/nm	589.592	766.490	285.213	257.610	238.204	231.604
元素	Cu	Zn	Au	Pb	Hg	As
波长/nm	327.393	206.200	267.595	220.353	253.652	193.696

#### 2.4.2 基体干扰及消除

新型硼铝源样品基体干扰较复杂,但其成分稳定。本实验采用标准加入法来消除基体干扰。选择一个样品作为基体加标配制标准曲线,其他样品可以直接作为样品分析,不需要每个试样都进行加标,这样既保证了实验结果的准确度,又减轻了工作量,使标准加入法在批量样品分析中具有可操作性。

### 2.5 方法的线性方程和检出限

用上述同样的方法,对样品空白重复检测 11 次,计算方法检出限,结果见表 4。从表 4 可知,

表 4 12 种金属元素的线性范围、相关系数及检出限

Tab.4 Linear range, correlation coefficient and detection limit of 12 metal elements

元素	线性方程	相关系数	检出限/( $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ )
Na	$y = 7\ 107\ 143x + 8\ 340\ 768$	0.999 3	0.012
K	$y = 2\ 025\ 683x + 482\ 467$	0.999 1	0.007
Mg	$y = 2\ 212\ 114x + 601\ 808$	0.999 9	0.001
Mn	$y = 8\ 223\ 643x + 1\ 025\ 143$	0.999 9	0.003
Fe	$y = 1\ 118\ 597x + 366\ 155$	0.999 9	0.005
Ni	$y = 401\ 336x + 81\ 947$	0.999 9	0.010
Cu	$y = 858\ 905x + 121\ 837$	0.999 9	0.004
Zn	$y = 302\ 281x + 87\ 571$	0.999 9	0.006
Au	$y = 259\ 006x + 2\ 713$	0.999 9	0.007
Pb	$y = 63\ 076x + 950$	0.999 9	0.006
Hg	$y = 56\ 849x + 739$	0.999 8	0.008
As	$y = 9\ 098x + 110$	0.999 6	0.010

12 种元素的相关系数均大于 0.999 0, 各元素的检出限小于标准要求值, 说明该方法的线性和检出限均满足新型硼铝源的检测要求。

## 2.6 准确度试验

选取批号为 20220516 硼铝源 BA1-08 样品做标准加入法加标回收试验, 所加标为一定体积的标准溶液, 与样品一起消解, 消解后定容至 10 mL, 仪器测定结果见表 5。

表 5 加标回收试验结果  
Tab.5 Recovery test results

元素	本底值/ (mg·L <sup>-1</sup> )	加入量/ (mg·L <sup>-1</sup> )	测定值/ (mg·L <sup>-1</sup> )	回收率/ %
Na	1.243	0.50	1.728	97.0
		1.00	2.228	98.5
		2.00	3.261	101.0
K	0.342	0.10	0.446	104.0
		0.30	0.638	98.7
		0.50	0.836	98.8
Mg	0.287	0.10	0.381	94.0
		0.30	0.599	104.0
		0.50	0.784	99.4
Mn	0.125	0.10	0.230	105.0
		0.30	0.418	97.7
		0.50	0.622	99.4
Fe	0.337	0.10	0.433	96.0
		0.30	0.640	101.0
		0.50	0.835	99.6
Ni	0.219	0.10	0.324	105.0
		0.30	0.521	101.0
		0.50	0.713	98.8
Cu	0.146	0.10	0.239	93.0
		0.30	0.448	101.0
		0.50	0.637	98.2
Zn	0.302	0.10	0.408	106.0
		0.30	0.609	102.0
		0.50	0.798	99.2
Au	<0.010	0.02	0.021	105.0
		0.03	0.031	103.0
		0.05	0.049	98.0
Pb	0.015	0.02	0.034	95.0
		0.03	0.044	96.7
		0.05	0.067	104.0
Hg	<0.010	0.02	0.020	100.0
		0.03	0.029	96.7
		0.05	0.051	102.0
As	0.012	0.02	0.033	105.0
		0.03	0.040	93.3
		0.05	0.062	100.0

由表 5 可知, 各元素的回收率在 93.0% ~ 106% 之间, 砷、汞两种易挥发元素的回收率在

93.3% ~ 105% 之间, 该方法解决了砷、汞 2 种元素的加热易挥发损失问题, 进一步表明该方法的准确度高。

## 2.7 精密度试验

选取批号为 20220616 硼铝源 BA1-08 样品, 按照上述方法, 处理 7 份, 在相同的仪器条件下分别进行测定, 计算硼铝源样品中金属杂质测定结果的相对标准偏差, 结果见表 6。

表 6 精密度试验结果

Tab.6 Precision test results

元素	样品 7 次测定值/(mg·L <sup>-1</sup> )							RSD/%
Na	6.525	6.480	6.725	6.770	6.590	6.805	6.885	2.28
K	1.725	1.705	1.670	1.685	1.650	1.645	1.695	1.73
Mg	1.510	1.485	1.625	1.445	1.565	1.535	1.495	3.87
Mn	0.650	0.625	0.605	0.585	0.625	0.580	0.570	4.80
Fe	1.590	1.575	1.685	1.610	1.645	1.515	1.560	3.51
Ni	1.075	1.055	1.050	1.095	1.105	1.070	1.065	1.88
Cu	0.595	0.600	0.605	0.650	0.580	0.625	0.645	4.29
Zn	1.940	1.785	1.875	1.820	1.910	1.985	1.755	4.52
Au	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	—
Pb	0.075	0.070	0.065	0.075	0.070	0.070	0.060	7.71
Hg	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	—
As	0.055	0.065	0.055	0.060	0.060	0.055	0.055	6.80

由表 6 可知, 除了 Au、Hg 这两种元素含量低于 0.01 mg/L 外, 其余金属元素测定结果的相对标准偏差 (RSD) 在 1.73% ~ 7.71% 之间, 表明本方法具有较好的精密度。

## 2.8 对比试验

采用亚沸蒸馏-硫酸高温灰化法进行样品前处理, 即称取 2.0 g ( $\pm 0.001$  g) 样品于 30 mL 石英坩埚中, 向其中加入 5 滴硫酸, 在亚沸蒸馏装置中进行低温碳化 3 h, 待充分碳化后转移至高温炉中, 550 °C 继续灰化 3 h。灰化结束后向石英坩埚中加入 0.5 mL 硝酸, 0.5 mL 超纯水溶解坩埚内存留金属盐, 溶液转移至 10 mL 容量瓶中, 再用超纯水多次少量洗涤坩埚, 洗涤液一并转入容量瓶中, 定容待用。

### 2.8.1 准确度试验

选取批号为 20220516 硼铝源 BA1-08 样品, 采用亚沸蒸馏-高温硫酸灰化法进行样品前处理, 做标准加入法加标回收试验, 所加标为一定体积的标准溶液, 与样品一起处理, 定容至 10 mL, ICP 测定结果见表 7。

表 7 加标回收试验结果

Tab.7 Recovery test results

元素	本底值/ (mg·L <sup>-1</sup> )	加入量/ (mg·L <sup>-1</sup> )	测定值/ (mg·L <sup>-1</sup> )	回收率/ %
Na	1.232	0.50	1.692	92.0
		1.00	2.202	97.0
		2.00	3.102	93.5
K	0.301	0.10	0.389	88.0
		0.30	0.578	92.3
		0.50	0.755	90.8
Mg	0.241	0.10	0.333	92.0
		0.30	0.529	96.0
		0.50	0.733	98.4
Mn	0.110	0.10	0.201	91.0
		0.30	0.395	95.0
		0.50	0.582	94.4
Fe	0.311	0.10	0.408	97.0
		0.30	0.592	93.7
		0.50	0.802	98.2
Ni	0.203	0.10	0.289	86.0
		0.30	0.490	95.7
		0.50	0.662	91.8
Cu	0.117	0.10	0.205	88.0
		0.30	0.400	94.3
		0.50	0.583	93.2
Zn	0.283	0.10	0.374	91.0
		0.30	0.572	96.3
		0.50	0.762	95.8
Au	<0.01	0.02	0.015	75.0
		0.03	0.022	73.3
		0.05	0.039	78.0
Pb	<0.01	0.02	<0.01	—
		0.03	0.012	40.0
		0.05	0.021	42.0
Hg	<0.01	0.02	<0.01	—
		0.03	<0.01	—
		0.05	<0.01	—
As	<0.01	0.02	<0.01	—
		0.03	<0.01	—
		0.05	<0.01	—

由表 7 可知,金属铅由于形成了难溶的硫酸盐导致回收率低于 50.0%;其他金属受硫酸铅沉淀包裹及挂壁的影响,造成回收率均有所下降。砷在酸性条件下,加热挥发损失严重,汞在灰化过程中由于高温加热升华,其检测结果均低于检出限。与微波消解相比,采用亚沸蒸馏-硫酸高温灰化法对样品进行前处理,检测结果的准确度降低,特别对于铅、汞、砷 3 种元素,在处理过程中损失较为严重。

### 2.8.2 精密度试验

选取批号为 20220616 硼铝源 BAl-08 样品,

采用亚沸蒸馏-高温硫酸灰化法处理 7 份,在相同的仪器条件下分别进行测定,计算硼铝源样品中金属杂质测定结果的相对标准偏差,结果见表 8。

表 8 精密度试验结果

Tab.8 Precision test results

元素	样品 7 次测定值/(mg·L <sup>-1</sup> )							RSD/%
Na	6.105	5.825	6.110	6.260	5.615	6.335	6.215	4.24
K	1.525	1.505	1.510	1.415	1.550	1.435	1.530	3.40
Mg	1.210	1.135	1.225	1.180	1.125	1.115	1.110	4.09
Mn	0.525	0.445	0.455	0.515	0.480	0.460	0.470	6.38
Fe	1.535	1.580	1.665	1.685	1.690	1.505	1.540	4.89
Ni	1.035	0.980	1.025	0.955	1.105	1.010	1.045	4.72
Cu	0.575	0.630	0.615	0.550	0.580	0.605	0.565	4.90
Zn	1.445	1.335	1.480	1.365	1.410	1.320	1.305	4.82
Au	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	—
Pb	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	—
Hg	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	—
As	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	—

由表 8 可知,与微波消解相比,传统的亚沸蒸馏-硫酸高温灰化法处理样品至少需要 6 h,由于形成难溶物质、挂壁损失等原因造成一些元素的准确度较低,铅、砷、汞 3 种元素损失严重,无法准确检出,金属元素的相对标准偏差也有所增大,精度降低。对于电子级硼铝掺杂源,该传统方法已无法满足其金属元素的测定。微波消解技术可以很好的解决这些问题,更加适用于电子级硼铝掺杂源的分析检测。

### 3 结论

本文建立了微波消解-ICP-OES 法测定电子级硼铝掺杂源中多种金属元素的测定方法。该方法微波消解仅需 30 min,不仅分析快速、而且准确度高、稳定性好,适用于多种金属元素的同时测定。该方法填补了国内检测硼铝掺杂源中多种金属元素的空白,具有良好的经济效益和社会效益。

### 参考文献:

- [1] BRUSCHI D L, MOEHLECKE A, ZANESCO I, et al. Development of solar cells in *n*-type silicon with emitter formed with boron[J]. *Materia-Brazil*, 2010, **16**(3): 776.
- [2] 武文, 宣亚文. 分光光度法测定工业废水中铁的含量[C]. 河南: 河南省化学学会 2010 年学术年会论文摘要集, 2010: 82.

- [3] 安中庆, 范兴祥, 阮淑呈, 等. 1, 10 二氮杂菲分光光度法测定金属硅中铁[J]. 中国无机分析化学, 2019, **9**(6): 49-53.
- [4] 张亮亮, 雷亚宁. 石墨炉原子吸收光谱法直接测定铁镍基高温合金中的银、砷、铋、铅、硒、碲[J]. 化学试剂, 2018, **40**(4): 348-352.
- [5] 何崇慧, 牛承祥, 杨红强, 等. 火焰原子吸收测定裂解汽油二段加氢催化剂中 Co, Mo, Ni 含量[J]. 石油化工, 2020, **49**(9): 905-909.
- [6] 许亚夫, 李银保. 火焰原子吸收法测定瑞昌山药中六种金属元素[J]. 广东微量元素科学, 2015, **22**(12): 11-14.
- [7] 王彦霞, 林海, 叶金燕, 等. 电感耦合等离子体发射光谱法同时测定生物柴油中钠、钾、钙、镁元素的含量[J]. 中国口岸科学技术, 2021, **3**(12): 58-62.
- [8] 王亮, 张帆, 李倍, 等. 电感耦合等离子体发射光谱法测定电铸黄金饰品中有害元素铅、铬、镉、汞、砷的含量[J]. 中国金属通报, 2021, (12): 161-163.
- [9] ROSELI M S, CARMEMLÚCIA P, DA S R. Determination of refractory elements in used lubricating oil by ICPOES employing emulsified sample introduction and calibration with inorganic standards [J]. *Analy. Sci.*, 2004, **20**(2): 351-355.
- [10] 蒋金花, 徐新忠, 王琳琳, 等. 微波消解-电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法测定硫磺中 18 种微量元素[J]. 中国无机分析化学, 2021, **11**(6): 107-113.
- [11] 王建玲, 吴金松. 分析化学样品前处理进展分析[J]. 山东化工, 2021, **50**(13): 73-74.
- [12] 黎乔. 微波溶样在分析化学样品前处理中的应用[J]. 科技创新与应用, 2017, (5): 299.
- [13] 韦如凤, 邓艺萍, 施羽韩. 微波消解技术及其在分析化学中的应用[J]. 大众科技, 2018, **20**(4): 24-27.
- [14] 高学峰, 张士任, 郭营. 微波在样品消解中的应用[J]. 化学分析计量, 2003, **12**(1): 50-52.
- [15] KATRION A, SCOFFI N. Microwave digestion technology for fast and safe sample preparation [J]. *American Laboratory*, 2014, **46**(1): 46-50.
- [16] 丁兆娟, 刘雪姣, 张艳玲, 等. 微波消解-电感耦合等离子体发射光谱法测定炭黑中重金属元素含量[J]. 橡胶工业, 2022, **69**(2): 144-148.
- [17] 任丹华, 张艾蕊, 王海, 等. 微波消解-电感耦合等离子体发射光谱法测定原油中的 S、Ni、和 V [J]. 化学试剂, 2020, **42**(3): 291-294.
- [18] 李利华. 微波消解-ICP-AES 法同时测定 7 种天然调味品中的 10 种无机元素 [J]. 中国调味品, 2016, **41**(6): 129-131; 141.