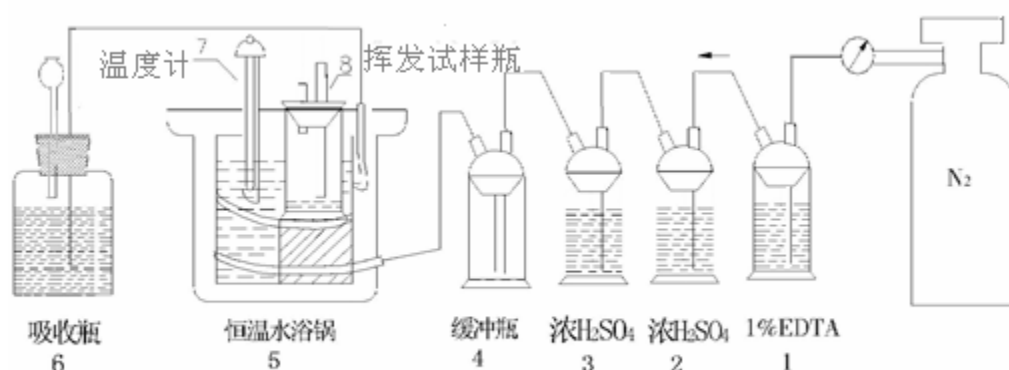


## 1.试验装置

Prodigy ICP-OES,LEEMAN LABS,INC.中阶梯光栅，全谱覆盖直读式测量，双铂网雾化器，三层同心大口径石英等离子炬管,美国利曼公司生产；

## 2.试样处理装置



图一 试样预处理装置

## 3、试样预处理

### 3.1 原理

利用三氯氢硅的易蒸发的物理特性（沸点(101.325kPa)：31.8℃），采用蒸发法对试样进行处理（通过多次水解试验，存在较多的问题，最终认为蒸发法为最佳）。由于试样中的三氯化硼物理性质（沸点：12.5℃；其反应能力较强，能形成多种配位化合物，且络合具有较高的热稳定性。），基于乙腈（CH<sub>3</sub>CN）能与硼磷等金属氯化物形成稳定的络合物的性质，在三氯氢硅试样中加入乙腈，在适当的温度下，将主体三氯氢硅挥发出去，残留的二氧化硅用氢氟酸除去，过量的氢氟酸用高氯酸除去，少量溶液或固体用盐酸溶解（为减少污染，如为溶液未成固体时可不加盐酸）。加纯水稀释至刻度摇匀待仪器分析。

### 3.2 步骤

将取样瓶干燥并充满氮气，取样后迅速盖好。在通风橱内准确量取试样，

转移至充满氮气的挥发试样瓶中，加入乙腈溶液，密闭后摇匀，按步骤进行，将进入挥发瓶前的空气排尽后通入挥发瓶，水浴加热，挥发待三氯氢硅液体消失后，向挥发瓶中加入氢氟酸，观察无烟或蒸干时，再加入高氯酸，再次蒸发至无烟或蒸干时加入盐酸，待全部溶解无残渣时加水转移至干净 50mL 容量瓶待分析。

此步骤最需注意的是氢氟酸是否能除净，否则将会损坏炬管和雾化器，造成一定程度的经济损失。（经过试验，加入过 N，N-二甲基苯胺、三苯基-一氯甲烷等络合剂，但最后残渣不好溶解，加入硝酸又会引入新的污染，三溴化硼可络合磷，但又影响了硼的测定，且毒性较大，后放弃。也可填加甘露醇代替络合物）。