

ICP固体粉末法应用于化探样品中多元素分析

云南省地矿局中心实验室 周维新 杨为民 平新忠

本文介绍在国产等离子体发生器上,直接引入固体粉末试样,进行发射光谱多元素分析的方法。一次取样可以同时测定 Ba、Be、B、Cr 等 21 个元素。

实验部分

一、仪器及工作条件:

摄谱仪:PGS—2 型平面光栅摄谱仪,光栅刻线 651 条/毫米,中心波长 3000 埃,波长范围 2300—3800 埃,单透镜照明,一级光谱,狭缝宽 20μ 。

发生器:GP3.5—D₁ 型高频感耦等离子体发生器,感应线圈三匝,工作阳流 1 安培,栅流 90 毫安,板压 3.7 千伏。于线圈上 11—13 毫米范围内摄谱。

送样照谱装置:本室研制的“ICP 固体粉末自

动摄谱装置”^[1]。冷却(Ar)气 15 升/分,等离子气 0.6 升/分,载气 0.5 升/分。

相板处理:天津 I 型紫外相板,A、B 显影液,20℃显影 2 分钟,定影至透明,清水冲洗,风干。

测光:蔡司 II 型测微光度计,S 标尺,狭缝宽 20μ ,高 10 毫米。

二、标准物制备:

人工基物比例是:

$\text{SiO}_2:\text{Fe}_2\text{O}_3:\text{Al}_2\text{O}_3:\text{CaO}:\text{MgO}:\text{K}_2\text{SO}_4:\text{Na}_2\text{CO}_3$

70: 5: 15: 2: 2: 2: 4

将混合物和经过高温灼烧的人工基物研磨至 200 目左右,称取光谱纯的各元素氧化物,按下表配制标准物。

表 1 标准中元素的含量

Table 1 Contents of element in standard

含 量 序 号	元 素	Cu, Pb, Zn, Mn	B, Cr, V, La, Y, Nb, Yb, Sn, Mo, Sb, Ga, Co, Ni, Zr, W	Ba, Sr, Ti	Be, Ag
9		10000			
8		3000			
7		1000	1000	10000	100
6		300	300	3000	30
5		100	100	1000	10
4		30	30	300	3
3		10	10	100	1
2		3	3	30	0.3
1		1	1	10	0.1

三、缓冲剂:

缓冲剂的配制比例是:

光谱纯炭粉: 二氧化硅: 碳酸钠

400 : 100 : 10

四、分析方法:

1. 分析线:

元素的分析线和检出限, 测量范围如表 2 所示。多数元素的含量计算, 采用黑度值直接计算,

表 2 分析线和测量范围

Table 2 Analytical lines and measured range

元 素	方法灵敏度 (ppm)	化探灵敏度 (ppm)	分析线波长 (埃)	测量范围 (ppm)
Ba	10	50	II 2335.3	30—3000
Be	0.3	0.5—3	II 2348.6	0.5—100
B	3	10	I 2496.8	10—1000
Cr	1	10—20	I 2677.2	5—1000
Pb	1	1—10	I 2833.1	1—1000
Mn	1	30	I 2933.1	30—3000
Ti	10	100	II 2841.9	10—10000
Ni	3	5—10	I 3050.8	5—500
Nb	1	5	II 3163.4	1—500
Mo	1	0.1—1	I 3132.59/Fe3133.22	1—300
Sn	1	1	I 3175.05/Fe3133.22	1—1000
V	1	20	I 3183.4	1—500
La	10	30	II 3245.1	10—1000
Y	1	10	II 3327.9	1—500
Zn	1	10	I 3345.0	3—3000
Co	1	1	I 3453.5	1—100
Sr	10	50	II 3464.46	10—1000
Zr	10	10	II 3392.0	10—500
W	10	1	II 2944.39	10—1000
Cu	0.1	1	I 3273.96	1—100
Cu	30	1	I 2824.37	50—3000
Ga	1	无要求	I 2943.64	1—500
Yb	1	无要求	II 3289.37	1—500

表3 分析结果

Table 3 Analytical results

元素	GSD ₁		GSD ₂		GSD ₃		GSD ₄	
	ICP	标称	ICP	标称	ICP	标称	ICP	标称
Ba	915	925	203	195	640	635	410	450
Be	3.2	3.3	16.5	17.5	1.45	1.5	2.4	2.5
B	4.4	5	8	8	31	29	50	45
Cr	187	195	11.5	12	79	88	76	80
Pb	31	23	26	31	41	41	29	31
Ti	5700	5970	1400	1380	7050	6420	6150	5380
Mn	780	900	248	243	410	400	800	810
Ni	72	72	4.3	5.6	24.5	25.5	44	40
Nb	24.5	35.5	93	95	16	16	18.5	18
V	100	125	20	16	110	122	107	122
La	42	48	83	88	41	42	38	45
Sn	3.5	3.3	27.5	30	4.6	3.3	3.2	4.1
Mo	0.8	0.71	1.8	2.05	84	90	0.8	0.85
Y	21	22	70	67	22.5	21.5	20.5	26.5
Zn	65	77	36	45	51	52	103	103
Co	21.5	20	2.5	2.5	11.2	12	15	18
Sr	385	530	37	30.5	36	90	137	140
Zr	270	315	435	470	290	218	185	190
Cu	27	21.5	4.6	5	180	176	32	36

部份元素(如Sn、Mo)应用内标法。

2. 工作曲线绘制:

按元素含量顺序由低到高,称取30毫克标准物与50毫克缓冲剂混合均匀,平均分成二份装样摄谱,测光后取二份结果的平均值绘制 $W-\log C$ 工作曲线。

结论:经试验后,选择取样量为25—40毫克为宜,样品粒度必须细碎到200—300筛目,元素的基

体干扰,采用加缓冲剂的方法来消除。表3列出GSD标样结果,与推荐值进行比较。

参 考 文 献

1. 周维新:分析化学, 3, 312—314, 1984。
2. 陈学智:岩矿测试,第一卷第3期, 67—70, 1982。