

国产7502型ICP—AES光量计在地质样品分析中的试用

地矿部岩矿测试所试验小组

我们试用了北京第二光学仪器厂新近研制成功的7502型ICP—AES光量计。用于地质样品分析,进行了硅酸盐类样品中24个元素的同时测定。对该仪器的计算机软件提出了较大的修改,使其能适应于各种类型样品分析。实验结果表明,该仪器在检出限、精确度方面都达到或超过国外同类仪器的水平。这标志着我国的大型精密仪器已跨入世界仪器制造业的先进行列。我们很高兴地向国内的主管部门和同行们推荐该新产品。

本工作仅对硅酸盐类样品进行测试。采用HF、HClO₄,王水分解样品。同时测定Al、Fe、Mg、Ca、Co、Ni、V、Ti、Mn、Cr、Ba、Sr、P、Pb、Cu、Zn、Nb、Zr、Bi、Mo、Y、Yb、Ce、La 24个元素。由于该仪器没有光谱移位背景扣除装置,不能进行动态背景校正。但通过软件中的元素干扰校

正系数 K_1 , K_2 , 可以进行元素间谱线干扰校正及主体元素含量变化所造成的背景非线性干扰的校正。测定结果基本能满足要求。测定条件如下。

一、仪器与工作条件

仪器: 7502型 ICP—AES 0.70米帕那—伦格装置光谱仪, 35道。光栅刻线 2400 条/毫米, 一级倒色散率0.55nm/mm。New TRS-80型计算机, 内存64K。

射频发生器: 额定功率2.5KW, 工作频率27.12 MHZ, 入射功率1KW, 反射功率<15W。

感应线圈: 2圈, 水冷却。

等离子炬: Scott 型三管同心石英炬管。

雾化器: LB型气动同心玻璃雾化器。

气流: Ar气。冷却气10升/分; 辅助气0.5升/分; 载气0.45升/分。

观察高度：负载线圈上12毫米。

溶液提升率：约1毫升/分。

积分时间：冲洗50秒，积分20秒。

二、标准液的制备

采用光谱纯的金属或化合物制备成单个元素的标准贮备液。根据互有化学干扰或光谱干扰的元素不能放在一起的原则，组合成三组标准溶液：

第一组：Fe, Al, Ca, Mg, Ti 各元素低标浓度为1ppm。高标浓度：Al500ppm, Fe, Ca250ppm, Mg, Ti 100ppm。

第二组：Cu, Zr, Nb, Mn, Cr, Y, Ni, Ba, Sr, La。

第三组：P, Ce, V, Pb, Bi, Zn, Yb, Co, Mo。

第二、三组都是痕量元素。低标浓度0.1 ppm，高标浓度10 ppm，三组标准溶液的酸度都是10%王水。

三、干扰校正系数的求法

1. 用光谱纯试剂制备各干扰元素的单元溶液。

液。主体干扰元素分别为200—500ppm的系列；痕量干扰元素都为100 ppm。

2. 对所有被分析元素通道进行标准化。

3. 把干扰元素溶液喷入等离子炬。在各被分析通道得到浓度值，对该数据逐个分析，辩明是来自溶液中的杂质还是线干扰或杂散光等所引起。然后用该值与干扰元素浓度相比，即可得到干扰校正系数 K_1 。

4. 把 K_1 输入 ACT 表。在分析过程中计算机能够自动进行干扰校正。

5. 再次喷入各干扰溶液进行验证。如各分析通道浓度值接近于零，则说明 K_1 值正确；否则要继续修正 K_1 值。

本实验共求出 K_1 值105个。

四、样品处理

称样0.1g于聚四氟乙烯坩埚中，加3 ml HCl, 2 ml HNO₃，置于特制的铝电热板上于110℃保温1.5小时。取下加3ml HF, 1ml HClO₄，在130℃下溶解2小时。于150℃赶HF至HClO₄白烟消失尽，加1m

表 1. 硅酸盐类样品中痕量元素的检出限, 测定下限及其与美 J—A1160 ICP 光量计的比较

Table 1. Comparison of detection limits, determination lower limits of trace elements on two apparatus

元 素	北 二 光 7502 型			美 J—A 1160 型		
	谱 线 (nm)	检 出 限 ($\mu\text{g/g}$)	测 定 下 限 ($\mu\text{g/g}$)	谱 线 (nm)	检 出 限 ($\mu\text{g/g}$)	测 定 下 限 ($\mu\text{g/g}$)
Cu	324.75	0.2	0.6	324.75	0.44	1.4
Zr	343.82	0.17	0.5	343.82	0.3	1
Nb	309.42	0.3	0.9	271.66	4	12
Mn	257.61	0.07	0.2	257.61	—	—
Cr	267.72	1.2	3.6	267.72	1.2	3.6
Y	360.07	0.1	0.3	371.03	0.08	0.24
Ni	231.60	0.7	2.1	231.60	1.3	4
Ba	455.40	0.04	0.12	493.41	0.02	0.06
Sr	216.59	0.8	2.4	421.55	0.05	0.15
La	379.48	0.1	0.3	379.48	0.7	2
P	213.62	9.2	28	214.91	4.2	63
Ce	418.66	1.5	4.5	418.66	3.3	10
V	292.40	0.2	0.6	292.40	0.4	1.2
Pb	220.35	3.0	9	220.35	4.2	13
Bi	223.06	4.6	13.8	223.06	3.5	10
Zn	206.20	0.7	2.1	213.86	0.2	0.6
Yb	369.42	0.06	0.18	328.94	0.11	0.33
Co	228.62	0.34	1.0	228.62	0.34	1.0
Mo	202.03	1.0	3.0	202.03	1.3	4

表 2. GC—6 样品测定的精密度 (n = 11)

Table 2. Precision for standard sample GC-6 (n = 11)

元 素	含 量 ($\mu\text{g/g}$)	RSD (%)	元 素	含 量 ($\mu\text{g/g}$)	RSD (%)
Fe	4.89%	1.0	Ba	313	0.55
Al	5.78%	0.76	Sr	74	1.96
Ca	4.16%	1.19	La	36	0.45
Mg	1.68%	0.77	P	317	3.5
Ti	2199	0.46	Ce	56	1.45
Cu	127	0.5	V	57	1.2
Zr	74	0.7	Pb	128	3.4
Nb	26	1.3	Bi	36	3.1
Mn	530	1.1	Zn	228	1.3
Cr	77	1.8	Yb	15	0.6
Y	29	0.7	Mo	27	2.0
Ni	28	1.4	Co	13	1.6

表 3. 标样分析结果

Table 3. Analytical results

元 素	GSD—9		GSD—10		GSS—2		GSR—2	
	测定值	可用值	测定值	可用值	测定值	可用值	测定值	可用值
Fe %	3.31	3.39	3.00	2.71	2.76	2.64	3.85	3.43
Al	5.75	5.59	1.44	1.50	5.37	5.46	8.85	8.54
Ca	3.83	3.82	0.50	0.50	1.89	1.69	3.59	3.71
Mg	1.30	1.43	0.061	0.072	0.67	0.63	1.10	1.03
Ti $\mu\text{g/g}$	5348	5520	1255	1270	2817	2710	3220	3070
Cu	30	32	21.1	22.7	20	16.5	52	56
Zr*	112	270	43	72	62	217	80	99
Nb	20	7.5	13	6.9	27	26.7	7	7
Mn	577	620	1006	1020	477	513	550	600
Cr	79	86	148	137	54	47	43	32
Y	20	26.5	12	14.3	17	22	9.0	9.7
Ni	31	32	30	30	19	20	15	17
Ba	416	430	37	44	884	930	999	1020
Sr	180	165	17	25	193	187	846	780
La	33	40	10	13.4	134	160	18	22
P	614	670	236	273	394	440	970	1040
Ce	71	72.4	36	36.7	373	398	40	40.3
V	87	95	95	107	53	61.5	83	96
Pb	25	23	30	27	30	21	14	12
Bi	<14	<1	<14	<1	<14	<1	<14	<1
Zn	91	78	58	46	61	42	90	72
Yb	3.0	2.85	1.1	1.3	1.0	2.0	0.97	0.96
Co	17	14	16	15	12	8.5	16	13
Mo	<3	<1	<3	1.2	<3	<1	<3	<1

注: Zr因酸溶不完全, 结果偏低, 仅供参考

王水溶解盐类,移至10ml比色管中备用。所得溶液稀释倍数为100。

五、检出限,测定下限,精密度及分析结果比较

检出限,测定下限的计算方法是制备一个模拟硅酸盐基体的溶液(Al 500, Fe, Ca 250, Mg, Ti 200ppm)。重复测量10次。统计各痕量元素浓度值的标准偏差 σ 。 2σ 为检出限, 6σ 为测定下限。所得结果与应用美 J—A1160 ICP 光量计的结果比较列于表1。

取一硅酸盐样品溶液重复测定11次,求出的RSD值列于表2。

对几个一级标样的可用值结果与分析结果的比较列于表3。

六、结论

通过对软件的改进和对硅酸盐类地质样品的实际分析。我们认为该仪器能适用于水质样品,环保样品,硅酸盐类样品,土壤样品及产品检验等分析。大多数元素的检出限,精密度都达到或超过国外同类型仪器的指标。为适应多方面的应用,建议作下列改进:

1. 设立动态背景扣除装置及扫描谱线轮廓装置。
2. 进样系统多样化。配备几种雾化器、雾化室、炬管安置方式、蠕动泵进样等。用户可以随意更换。
3. 选用运算速度快,内存量较大的计算机,以提高分析速度。

注:关于这三点建议,北二光已有措施。

A Trial of The 7502 ICP Direct Reader in The Analysis of Geological Samples

Group of trial of I. R. M. A.

The 7502 ICP Direct Reader was recently manufactured by Beijing Second Optic Instruments Factory. A trial of this instrument was made in the analysis of geological samples, 24 major, minor and trace elements were determined simultaneously. Both linear and nonlinear interference corrections could be made by means of a computer to correct the interelement line and background interferences. The performances of this sophisticated instrument appeared to be good and both detection limits and precisions are close to or occasionally better than similar foreign instruments.