

ICP - AES 法同时测定铝镁锗硅合金中铝、镁、锗、硅

赵玉珍 吕佩德

(中国科学院物理研究所, 北京 100080)

摘要 本文报道了用具有二维电荷注入检测器(CID)和端视等离子体炬的全谱直读等离子体光谱仪,同时测定 Al - Mg - Ge - Si 合金中 Al - Mg - Ge - Si 的方法。试样用 HNO₃ - HF 溶解后,加 H₃BO₃ 络合过量的 F,并用其中的 B 为内标进行测定,以改善测量的精密度与准确度。合成试样的回收率为 99.1% ~ 101.0%,样品测定的相对标准偏差小于 1%。方法简便、准确,用于样品分析,结果满意。

关键词 ICP - AES, Al - Mg - Ge - Si 合金, Al, Mg, Ge, Si。

1. 实验部分

1.1 仪器及工作条件

1.1.1 光谱仪: IRIS/AP 端视全谱直读等离子体光谱仪(美国 TJA 公司)。电荷注入式检测器(CID),波长范围: 170 ~ 900nm,分光系统中阶梯光栅,分辨率 0.008nm(200nm 处),玻璃同心

雾化器,高效旋流雾室,486 计算机。

1.1.2 工作条件,列于表 1。

1.2 试剂与标准溶液

试剂: HNO₃、HF、H₃BO₃ 为优级纯,二次去离子水。

标准贮备溶液: 1.0000mg/mL,由高纯金属配制,聚乙烯瓶中保存。

标准化溶液: 低标: 1% HNO₃。高标: Al 80.00μg/mL, Mg 15.00μg/mL, Ge 5.090μg/mL, Si 4.010μg/mL, 1% HNO₃。低标与高标中均含有与试样溶液相同量的 HF 和 H₃BO₃。

1.3 样品分析程序

准确称取 0.01000g 试样于 15mL 铂坩锅中,加入 2ml HNO₃(1+1),4 滴 40% HF(~0.1mL),室温下放置使其溶解,待试样完全溶解后,加入 2.0ml 3% H₃BO₃ 络合过量的 F。放置 30min 后转入 100mL 容量瓶中,用水定容后转入塑料瓶中待测。

表 1 光谱仪工作参数

频率 (MHz)	功率 (W)	雾化器压力 (MPa)	积分时间 (s)	冷却气 (L/min)	辅助气 (L/min)	载气 (L/min)	提升量 (mL/min)
27.12	1150	0.221	低波 15* 高波 5	15	0.5	0.5	1.5

* 低波 < 265nm

光谱仪所选各分析线经谱线定位、扣背景及用低标、高标进行两点标准化后即可进行样品分析。取三次曝光的平均值。

2. 结果与讨论

2.1 分析线的选择

分析线选择的是否合适,直接影响分析结果的准确度。由于光谱仪采用 CID 二维阵列检测器代替传统的光电倍增管检测器,具有优良的分

析性能[1]。光谱线的选择非常灵活,可最大限度地避开光谱干扰。通过一次曝光,可将样品中所有元素的所有谱线同时检测并记录下来,因而同一元素可同时采用多条谱线进行测定,分析结果可相互核对,提高分析结果的可靠性。还可根据元素在样品中的含量,选择灵敏度不同的谱线来实现样品中主、次及微量成分的同时测定,提高分析效率。本实验由于 Al、Mg 含量较高(Al: 78% ~ 94%, Mg: 3% ~ 12%),故选择相互无干扰的次

灵敏线为分析线。Ge、Si 含量较低(1% ~ 5%), 故选择无相互干扰的灵敏线与次灵敏线为分析线, 详见表 2。

2.2 内标的选择

在 ICP 发射光谱分析中, 采用内标法能改善测量精密度^[2,3]。用 LiBO₂ 熔融分解试样, 采用溶剂中的 B 为内标, 提高分析精密度的方法已有报道^[4,5]。本文采用 HNO₃ - HF 溶解样品, 用络合过量 F⁻ 的 H₃BO₃ 中的 BO 内标, 选择 B 208.959nm 线为内标线, 经实验考察, 能比较有效地

克服因各工作参数的变化而引起的分析信号的漂移, 提高分析方法的精密度与准确度。

2.3 合成试样测定结果

因无合适的标准样品和其它分析方法来考察分析方法的准确度, 故配制了合成试样进行考察, 结果列于表 2。

由表 2 结果看出, 本法具有较好的准确度。

2.4 测量精密度实验

同一试样平行 5 次测定, 结果列于表 3。

表 3 结果表明, 本法具有良好的测量精密度。

表 2 合成试样测定结果

元素	分析线 (nm)	级次	加入量 (μg/mL)	测得量 (μg/mL)	回收率 (%)	加入量 (μg/mL)	测得量 (μg/mL)	回收率 (%)
Al	236.705	110	90.3	90.00	99.7	69.67	69.79	100.2
	237.312	109		89.90	99.6		69.10	99.2
Mg	202.582	128	6.123	6.140	100.3	15.00	14.89	99.3
	285.213	91		6.136	100.2		14.86	99.1
Ge	209.426	124	1.851	1.834	99.1	9.254	9.224	99.7
	219.871	118		1.839	99.4		9.226	99.7
	212.412	122		2.049	100.1		5.024	100.2
Si	221.667	117	2.046	2.044	99.9	5.012	5.046	100.7
	251.612	103		2.037	99.6		5.045	100.7

表 3 测量精密度实验

元素	分析线 (nm)	级次	S1		S2	
			\bar{X} (%)	RSD (%)	\bar{X} (%)	RSD (%)
AL	236.705	110	90.8	0.33	93.8	0.62
	237.312	109	90.6	0.26	93.5	0.63
Mg	202.582	128	4.59	0.40	3.36	0.50
	285.213	91	4.67	0.25	3.37	0.44
Ge	209.426	124	2.29	0.56	1.92	0.56
	219.871	118	2.31	0.40	1.91	0.44
	212.412	122	2.27	0.39	0.99	0.70
Si	221.667	117	2.27	0.46	1.00	0.39
	251.612	103	2.28	0.24	0.98	0.32

2.5 样品分析结果

分析了 5 个含量差别较大的样品, 结果列于表 4。其中两个样品与美国 TJA 公司 800 系列多

道直读等离子体光谱仪的分析结果进行了比较, 两类型光谱仪分析结果一致。

表4 样品测定结果

样品 编号	测定结果(%)			
	Al	Mg	Ge	Si
1	93.6	3.37	1.91	1.00
	①93.3	3.40	1.92	1.03
2	90.7	4.65	2.30	2.27
	①90.8	4.68	2.27	2.27
3	84.3	9.03	2.84	3.37
4	82.5	9.20	5.46	3.00
5	78.0	12.0	5.25	4.51

①TJA800 系列等离子体光谱仪测定结果

分析线: Al 396.152nm, Mg 279.553nm
Si 251.612nm, Ge 265.118nm。

参 考 文 献

- 1 辛仁轩, 赵玉珍, 薛进敏, 分析测试仪器通讯, 6(4), 198(1996)。
- 2 A. Lorber et al, Anal. Chem. 56, 43(1984)。
- 3 高田九二雄等, 分析化学(日), 39, 381(1990)。
- 4 梁造, 痕量分析, 4(3), 20(1988)。
- 5 郭照斌, 第四届《光谱分析学术讨论会议》论文集, 第一册 17 页, 1990 年 11 月, 桂林。

斯派克公司移动式光谱仪技术特点

李顺利* 郝金女

(冶金部钢铁研究总院, 北京 100081)

摘要 本文介绍了德国斯派克公司移动式光谱仪采用的新技术及特点。

关键词 移动式光谱仪 光导纤维

引 言

早在 1979 年, 德国斯派克公司就首先推出世界上第一台用于现场检测的移动式光谱仪。随着光谱分析技术的不断发展, 经过十几年的努力, 现已推出新一代性能优异的移动式光谱仪系列, 包括有 SPECTOTEST 和 SPECTOTEST JR 以及 SPECTOPORT 等型号。随着对金属材料质量检测与控制要求的不断提高, 尤其在冶金、机械、石化等工业部门中, 对金属来料、设备材质、金属废料的现场分析检测的要求日愈深入, 人们对移动式光谱仪的需求逐渐增加。斯派克公司移动式光谱仪具有以下特点:

1. 采用光导纤维技术

光导纤维是近十几年才发展起来的, 开始用在光导通讯, 现已用于光谱分析领域。在移动式光谱仪上, 光导纤维起连接光谱仪和光谱枪的作用。它由一根纤芯和一个比纤芯折射低的包层组

成, 利用全反射来传输光信号, 最外有一层保护套, 光纤是熔融石英纤维(传输光区为 180nm - 1300nm), 柔软易弯不怕震动。过去光谱仪照明系统都采用聚光镜, 现在使用光导纤维将光源激发样品产生的光传输到光谱仪的入射狭缝, 减少了仪器的光学部件, 使仪器具有良好的抗震性。光导纤维有 5M 或 10M 长, 所以移动式光谱仪的工作半径较大, 可以方便地将光谱枪拿到需要检测的地方, 比较容易地检测那些笨重且难移动的金属部件。

2. 光源

移动式光谱仪备有电弧、火花两种光源。

用电弧光源激发样品, 可测定样品中的合金元素, 以区分不同的材料牌号。每测量一个样品只需 3min。

在进出厂材料现场检测和鉴别中, 需要比较准确的分析结果, 以便可靠地分开牌号相近的各种材料。采用氩气保护气氛中的火花光源激发样品, 可分析金属材料中的碳和合金元素。这是一种兼有高能预燃(HEPS)和多次重复放电的火花激发光源。该项技术已于 70 年代用于原子发射光谱分析, 采用 HEPS 技术可减少基体以及不同