

电感耦合等离子体发射光谱法在化学分析中的运用

刘佩珊

航空工业哈尔滨飞机工业集团有限责任公司

摘要:近年来,随着化工领域不断发展,化学分析技术得到不断发展与创新,电感耦合等离子体发射光谱法由于其自身具备的优势,已经被广泛用于各领域化学分析中,并获得了良好的应用效果。本文重点对电感耦合等离子体发射光谱法在化学分析中的运用进行重点分析,从、电感耦合等离子体发射光谱法的相关概述入手,提出该方法主要应用领域,并对电感耦合等离子体发射光谱法发展做出展望,希望为相关人员提供参考借鉴。

关键词:电感耦合等离子体发射光谱法;化学分析;应用

【DOI】10.12254/j.issn.2096-6539.2021.24.090

引言

电感耦合等离子体发射光谱法,是以等离子体原子发射光谱仪作为重要手段的一种分析方法,因为其具备较低的检出限,较宽的线性范围、准确度高以及能够同时进行多种元素测定等优点,所以在各领域化学分析中应用较为广泛,在不同领域中,电感耦合等离子体发射光谱法均发挥出了较强的优势,因此,对其实际运营做出细致探讨,具备较强的现实性意义。

一、电感耦合等离子体发射光谱法概述

1. 电感耦合等离子体的形成

在高频感应线圈中置入石英玻璃炬管,炬管中持续通过工作气体,当ICP装置线圈中通过高频电流时,会有轴向磁场产生,这种情况下,如果用高频点火装置产生火花,电磁场作用下,载流子会与原子发生碰撞^[1],发生电离情况,出现更多的载流子,当其达到一定数量时,会使气体具备相应的导电率,此时,与磁场垂直方向的截面,会出现涡流,在强大的电流作用下,会产生较高的温度加热气体,能够使气体最高温度达到10000K。感应线圈在耦合作用下,可是等离子体获得相应能量,同时,会维持等离子炬。试样溶液会将氩气作为主要载体,利用雾化器向炬管中导入样品气溶胶,因为ICP光源会具备较强的电离能力,并且还会具备较高的激发温度,能够将外层电子以及气溶胶中的离子及原子激发至较高能级,当激发态原子及离子返回至低激发态以及基态时,能够发射出特征线状光谱,分光后对其强度进行测量,通过校准曲线对待测元素质量分数进行计算。

2. 电感耦合等离子体原子发射光谱基本构成

对于电感耦合等离子体原子发射光谱而言,主要包括四个基本单元,一是等离子体光源系统。该基本单元具体组成部分为气路系统、等离子炬管以及RF高频发声器等;二是进样系统,其组成部分为物化系统以及蠕动泵等;三是光学系统。该基本单元较为复杂,不过在原

理及作用上同其他光谱类似,简单而言是将复合光向单色光进行分解,具体组成部分包括凹面镜、色散元件、准直镜以及狭缝等;四是检测及数据处理系统。对于ICP检测器而言,其早期主要是光电倍增管检测器,现阶段已经逐渐各种固体检测器代替,具备较多的特点,如信噪比较高、高灵敏度、暗电流小等,量子效率较高,同时属于大规模集成及超小型元件,能够制成面阵式及线阵式检测器^[2],并且,可以实现大量谱线的同时记录,能够有效缩短分光系统焦距,有效提升多元素同时测定功能。

3. 电感耦合等离子体原子发射光谱法的优点

首先,样品范围广。该方法不仅可以对气态样品进行分析,还可以对固态样品以及业态样品进行分析,不过因为固态样品不够稳定,存在一定的局限性,并且需要特殊的附件,气态样品检测中,质谱与氢化物发生装置联合应用会获得更好的效果,因此溶液雾化法应用作为广泛。实际应用中,该方法会具备更高的准确性及稳定性,能够测定70多种元素,同时可实现多元素同时测定。其次,分析精度高。该方法能够对含量达到 10^{-9} 级的元素进行准确分析,同时较多常见元素检出限达到了零点几 $\mu\text{g/L}$,存在较高的分析精度。再次,动态线性范围宽。这种测定方法的动态线性范围超过了 10^6 ,不仅能够提升反应速度,还会减少测定误差。除此之外,电感耦合等离子体原子发射光谱法能够进行定性及半定量分析,同其他测定方式相比,在化学分析中更为适用。

二、电感耦合等离子体发射光谱法在化学分析中的运用

1. 钛及其合金中电感耦合等离子体发射光谱法的应用

钛属于一种银白色过渡金属,存在较为明显的特征,包括强度高、质量轻具备金属光泽,并且对于一些液体与气体存在较强的抗腐蚀能力,如氯气、盐酸以及海水等。因为其化学性质较为稳定,并且具备低密度、高强度、抗强碱以及抗强酸等性质,被称为太空金属。一些研究人员将 TC_4 合金作为主要的研究对象,选择电感耦合等离子体发射光谱法对其中的主量元素钒以及铝进行测定。选择盐酸-氢氟酸混合酸对样品进行溶解,为有效消除干扰,应用海绵钛实施集体匹配。对 TC_4 标准物质中存在的钒以及铝的含量进行了测定,获得的最终测定结果,同认定值一致,通过这一研究,为测定 TC_4 样品中存在的钒以及铝提供了有力参考。一些研究人员通过电感耦合等离子体发射光谱法,重点对钛合金中存在的一些贵金属元素含量进行了测定,如钇、钽、铌、铪、金等。在硝酸、氢氟酸以及盐酸的应用下,对样品进行了溶解,选择基体匹配法,

避免基体钛影响到测定的准确性。选择多条分析线,包括: Ru240.245nm、Rh343.275nm、Pd340.758nm、Au267.571nm、Ir224.638nm,最终获得的方法检出限范围为0.0001~0.003mg·L⁻¹。通过加标回收与精密度试验可以看出:这种方式能够有效分析钛合金中存在的各项贵金属元素,如钷、钷、铈、铈、金等,获得的回收率达到了90%~110%,得到的相对标准差为RSD<14%。一些研究人员,选择硫酸与盐酸混合酸,对样品进行了溶解,随后进行了蒸干处理,最终获得白色二氧化钛沉淀,通过过滤,将钛基体去除,在滤液中,测定各杂质组分。在此项实验中,有效实现了高纯钛与痕量杂质的分离,从而防止由于过多钛基体以及钛谱线的存在,严重对待测元素产生干扰,最终获得的分析效果,存在较好的准确性。

2. 锆及其合金中电感耦合等离子体发射光谱法的应用

现阶段,我国经济水平不断提升下,进一步促进了核工业发展,这种环境下,使得众多领域纷纷应用锆及其合金材料,锆及其合金材料进一步发挥了自身作用。不过这些材料实际应用中,使用性能会受到自身化学成分的影响,因此,对锆及其合金材料进行化学成分分析意义重大。一些研究人员应用电感耦合等离子体发射光谱法,详细测定了核级海绵锆中存在的杂质元素,重点进行元素酸度、分析线、干扰元素以及载气流量的影响。通过实际的试验分析,确定出了待测元素的实际测定范围,具体处于10~3200 μg·g⁻¹范围内,得出回收率处于95.2%~106.5%范围内。并其还通过电感耦合等离子体发射光谱法,测定了核纯海绵锆中存在的微量钆。一些研究者利用电感耦合等离子体发射光谱法,对核级锆合金中存在的痕量元素以及常量元素进行了测定。选择主合金元素与高纯海绵锆实施基体匹配,同时对被测元素分析线进行了合理分析,最终选择出了最为合适的光谱线,有效对核级锆合金中的四个常量元素进行了测定,包括铬、铈、锡以及铁。并且测定出了核级锆合金中十三个痕量元素的含量,包括钨、钒、钛、铝、钼、铜、钼、硅、镍、锰、钴、铅以及镁。实际测定出的锆合金中镍、铬、铁、锡含量,与认定值相同。进行核级锆合金的加标回收试验,最终得出:回收率偏低的元素为钼,回收率偏高的元素为铅,其他剩余元素钨、钒、铈、钼、钛、镁、铜、硅、锰、钴回收率范围处于92%~108%之间。最终获得的测定结果存在较强的稳定性,实际测定结果其相对标准差较低,均没有超过6%。一些研究人选择微波消解-电感耦合等离子体发射光谱法,对高纯氧化锆中的物质元素含量进行分析,包括钛、硅、铁、钠、钆以及锰。对试验条件做出了优化,获得回收率范围在87%~112%之间,并得到了1.1%~3.4%的相对标准差。

3. 钼及其合金中电感耦合等离子体发射光谱法的应用

对于钼而言,其属于一种不可再生资源,由于其自

身存在的优势,在电子、化工、生物医药以及钢铁等领域应用较为广泛。一些研究人员,通过阳离子交换树脂的方式,对钼及待测元素进行了分离,利用电感耦合等离子体发射光谱法,对钼中存在的成分进行了测定,如锌、锰、铝、铁、钙、铜等。进行了相应分析条件试验,同时做出相应优化,包括分析线选择、阳离子交换柱植被、样品酸度、载流酸度以及分离条件等,最终得出回收率范围为94.2%~110%,相对标准偏差处于3.3%~7.9%范围内,测定下限为0.10mg·L⁻¹。一些研究人员通过盐酸-硝酸混合酸对样品进行溶解,并选择基体匹配法对基体效应进行消除,对钼铜样品中的元素含量进行了准确测定。

4. 重金属含量分析中电感耦合等离子体发射光谱法的应用

大气中会存在较多漂浮的颗粒物,其中会带有相应的重金属,在干湿沉降下,会在地面土壤以及水体中富集,同时,会被植物吸收,进而危害到动物以及人类的健康。城市空气中,往往会存在更多的铅含量,严重影响儿童的生长,在焊接、喷漆以及电镀作业是,会进一步提升空气中存在的重金属含量,对相关工作人员身体健康产生严重威胁。对环境中的重金属元素进行准确的测定,会实时监控空气质量,为人类生活质量进行保证。一些人员利用电感耦合等离子体发射光谱法,测定工作环境中存在的锌、铜、锰含量情况,结果显示,线性相关系数超过了0.9992,锌的检出限为0.500mg·L⁻¹,铜的检出限为0.105 mg·L⁻¹,锰的检出限为0.118 mg·L⁻¹。垃圾焚烧环节,会产生大量的飞灰与底灰,而飞灰中往往存在较多的重金属,重金属形态会对其进入环境中的难易程度产生直接的影响,并且在环境的危害程度上也会存在较大的区别。

结束语

综上所述,电感耦合等离子体原子发射光谱法具备较多的优点,能够进一步提升化学分析结果的准确性,现阶段该方法已经被广泛应用于各个领域化学分析中,包括电力生产、生物环境地球化学植物样品分析、钼及其合金中分析、飞灰和大气分析中等,在未来,若想有效提升该方法的应用价值,还需要加大研究力度,提升测定下限的同时,还应不断扩大波长范围。

参考文献

- [1] 温世杰,陈绯宇. 钢铁合金中14项稀土杂质含量的测定——电感耦合等离子体发射光谱法[J]. 有色金属科学与工程, 2021, 12(06):123-134.
- [2] 李蕴恺,韩晶晶,凌雷. 电感耦合等离子体发射光谱法在贵金属含量测试中的方法确认[J]. 小型内燃机与车辆技术, 2021, 50(06):18-21+38.
- [3] 王彦霞,林海,叶金燕,唐斌,徐金龙,李展江,杨树洁. 电感耦合等离子体发射光谱法测定生物柴油中钠、钾、钙、镁元素的含量[J]. 中国口岸科学技术, 2021, 3(12):58-62.