

## ICP-AES 光谱仪的技术特点

王丽君 王文焱 李致清

(唐钢技术中心 唐山 063016)

**摘要** 全文对美国 PE 公司的 OPTIMA-4300DV 型 ICP-AES 光谱仪仪器内部构造、技术特点等进行详细介绍,并阐述 ICP 光源在化学分析领域的广阔应用。

**关键词** ICP-AES 光谱仪 等离子体

在化学分析领域,分析检测仪器的不断更新推动化学分析的进步。光谱仪是现代化学分析中不可缺少的检测仪器,而 ICP-AES 又在光谱仪中起着至关重要的作用。它具有分析速度快、灵敏度高、稳定性好、检出限低、分析范围广(同时测定多达 70 多种元素)等特点,目前还没有一种分析方法与之相匹敌<sup>1</sup>。

### 1 ICP 光源的发展

ICP 全称(Inductively Coupled Plasma)电感耦合等离子体,作为光源其应用范围很广泛,适用各种样品中的主量、微量及痕量杂质元素的定性、半定量和定量分析。自 1966 年出现 ICP-AAS 仪器以来,ICP 先后经历 ICP-AFS、ICP 同时型(多道)、ICP 顺序型(单道扫描)、ICP-AES 全谱型仪器等。当今 ICP-AES 全谱直读分析技术已经成为化学元素分析的常规手段,实验室 80% 左右的分析任务是由它承担。

### 2 ICP-AES 仪器的工作原理

ICP-AES 法常用于测量液体试样,试样须经预处理制成溶液。为提高方法的精密度,一般利用可调转速的蠕动泵输送溶液,再经雾化器雾化后进入等离子体火炬中。

一台理想的 ICP-AES 要求雾化器有较低的载气流量(0.5~1.5L/min),较低的吸出率,小于 3 L/min、记忆效应小、长时间和短时间的稳定性,以及适用于高盐分溶液的雾化,并且有较好抗腐蚀的能力。雾化器雾化效率最高为 3%~4%,它直接影响测定灵敏度,炬管制造要求比较高。一般毛细管壁厚为 0.08mm,间隙为 0.02~0.04 mm,提升量为 1~3 L/min。

炬管是一个直径为 25mm 的三层同心石英管,放置在一个连接射频发生器的线圈里,当电源接通时,高频(27.12MHz~40.68MHz)电流通过线圈,在石英管内产生交变电磁场,使通入其中的氩气电离,形成一个稳定的火焰状高温放电炬—等离子体(Plasma),温度高达 10000K,是一个具有良好蒸发—原子化—激发—电离性能的

光谱光源<sup>2</sup>。样品的气溶胶通过中心内管喷入等离子体中,形成一个  $\Phi 2\text{mm}$  左右的分析通道,样品元素电离,外层电子发生跃迁发射出特征谱线,谱线强度通过光学系统衍射分光,最后由检测器接收,根据谱线强度进行定性、定量分析。

### 3 ICP-AES 仪器的构造及技术特点

OPTIMA-4300 DV 型 ICP-AES 是 P-E 公司 20 世纪的新产品之一。该仪器主要是由高频发生器及炬管组成的光源部分,进样系统、光学系统、检测器等组成。

#### 3.1 光源

在光源方面,该光谱仪采用固态自激式高频发生器,频率为 40.68 MHz,功率稳定性  $<0.1\%$ ,光学系统的恒温,热稳定性高( $\pm 0.01^\circ\text{C}$ ),使得仪器的整体短时间稳定性(1h)RSD  $<1\%$ ,长时间稳定性 RSD  $<2\%$ 。另外,由计算机控制工作参数、设定点火程序,可自动点火,极大提高 ICP-AES 的稳定性和灵敏度。

#### 3.2 光学系统

采用两块光栅的双光路系统,实现全谱直读功能(见图 1)。

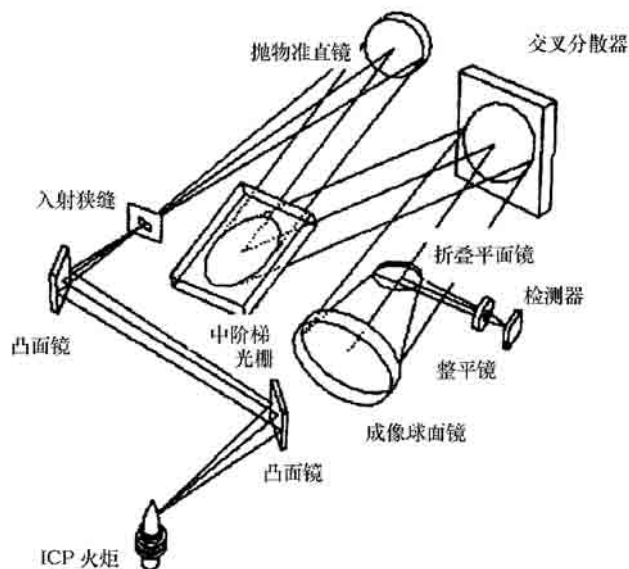


图 1 ICP-AES 中阶梯光栅光学系统

3.2.1 中阶梯光栅 中阶梯光栅是一种刻线密度每毫米只有几十条刻线的光栅,光学系统的焦距通常在 $\leq 0.5\text{m}$ ,采用高谱级(30~150级),仪器具有极高的光学稳定性和分辨率。美国 OPTIMA-4300DV 型 ICP-AES 采用一块光栅进行交叉色散,产生二维光谱,所有谱线(175~780nm)在一个平面上按波长和谱级排列。这样仪器的最高分辨率可达到 $< 0.006\text{nm}$ (在波长200nm,根据 IUPAT 定义,半峰宽),另外通过与固体检测器的结合,仪器不但具有全谱的功能,还扩大对复杂试样的分析能力。

3.2.2 观测方式 ICP-AES 的观测方式有水平、双向和垂直三种。OPTIMA~4300DV 型光谱仪采用专利的等离子炬双向观测方式。这项技术是 1997 年在水平观测的基础上推出的,目的是为弥补水平观察存在的易电离子干扰(EIE),线性范围下降、基体效应大的缺陷。在水平观测的基础上附加一个垂直观测光路。

双向观测的炬管在其外层管的侧面开有小孔或小槽,以便侧面采集光信号。当反射镜 M 切出光路时,即为水平观测,此时就是一台标准的水平观测型仪器。当反光镜 M 切入光路时,其背面挡住轴向的光,而等离子体侧面的光信号给 M1、M2、M 三个平面镜三次反射进入主光路,成为垂直观测。当元素含量较高时采用垂直观测,分析微量和痕量元素时用水平观测(见图 2)。

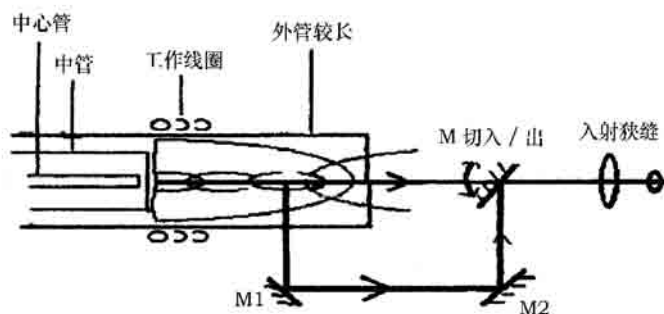


图 2 双向观测

### 3.3 检测器

该仪器采用电荷耦合器件专利技术 CCD 固态

检测器,与中阶梯光栅产生的二维光谱相匹配,使仪器具有全谱直读功能。

## 4 软件系统

ICP Winlab 是为 ICP-AES 提供数据检测、分析的软件系统,具有全自动联锁控制、自诊断功能,谱库大于 3 万条,采用谱图扣除模式,可获得样品的全部分析元素谱图,能永久保存,也可获得二维或三维谱图。它是围绕一系列窗口编制的,软件中的每一个窗口都能提供对比系统,经过优化的窗口能帮助用户完成整个分析任务的任一部分工作。为完成一项分析任务,系统能显示出一个或多个合适的控制或视图的窗口,具有操作简单,节约时间,广泛的数据再处理和报告能力。ICP WinLab 的灵活性能符合“先进实验室工作”和“先进自动化实验室工作”的全部质量管理协议和管理规程要求。

## 5 ICP-AES 的应用

ICP-AES 作为一种常规的化学分析技术已经被广泛应用于金属组学、生物样品、材料、地质、环保、冶金等不同领域。在冶金分析领域,如钢铁、原材料、铁合金中每次要求测定几十至几百个样品,而每个样品要同时分析 Mn、Cu、Al、Cr、Si、P、Ni、Ti、V、Nb、W、Ca、Mg 等几十种元素,如果结合微波消解技术,在工作效率方面可显示出 ICP 绝对的优势;在标准物质分析中,尤其是低含量、稀土元素的定值分析使 ICP 的数据精确性、操作简便性得到充分发挥。ICP-MS 是一种全新的分析手段,主要应用于微克及纳克级金属元素的定性定量测试和金属元素同位素的分析,具有更高灵敏性、更低的检出限、谱线干扰相对简单等特点是未来 ICP 的发展趋势。与 ICP 的联合技术如:高压液相色谱、氢化发生技术、流动注射技术等等,都为 ICP 提供更广泛的应用前景。

### 参考文献

- 1 郑国经. 冶金分析, 2001, 2:35
- 2 卢钟鹿. 实用冶金分析, 沈阳: 辽宁科学技术出版社, 1990

## Technical characters of ICP-AES

Wang Lijun Wang Wenyan Li Zhiqing

( Technical Center of TangShan Iron & Steel Company, TangShan 063016 )

Abstract In this paper, it is introduced detailed the technical characters and construction of type Optima-4300DV ICP made in USA by PerkinElmer company. Broading application of ICP is described in analysis field too

Key words ICP-AES Spectrometer Plasma