

# 海洋沉积物中某些微量元素的光谱 定量分析方法研究\*

刘宝善

(中国科学院海洋研究所)

研究海洋沉积物中化学元素的含量、分布、组合和迁移以及分散和富集的规律,是海洋地球化学研究的重要内容。它为沉积作用、沉积环境、成矿作用以及污染本底的调查提供科学依据。因此,它具有非常重要的意义。近二十年来,在国外这种研究工作很受重视。

在化学元素测定的许多方法中,光谱法具有快速、经济和准确度高等优越性。为此,我们采用这种方法,对海洋沉积物中的镓、钛、钡、钒、镍、铜、锰和铬等进行了测定。并对这种光谱定量分析方法进行了研究,使其更加简便,结果令人满意。

## 一、基体的确定

采用人工配制基体的方法<sup>[1,2]</sup>是以化学组成与试样相似的主成分构成基体。其组成是二氧化硅 67%, 三氧化二铝 15.5%, 三氧化二铁 7.5%, 碳酸钙 3.6%, 氧化镁 3.4% 以及碳酸钠 3%。

## 二、标准试样的配制

在配制标准试样时,为了避免误差以及少量标准试样配制的困难,在配制时,先配制一个含量较大(3%)的标准试样。然后,再按标准系列的要求,采用 1, 3 等级,用基物顺序稀释。从 3% 开始依次稀释为 1%, 0.3%, 0.1%, 0.03%, 0.01%, 0.003% 和 0.001%。

## 三、缓冲剂与内标的选择

为了使弧焰稳定和避免喷跳,选择适当的缓冲剂及其比例是非常重要的,我们曾试用过碳粉。其比例如下:

样品与碳粉之比依次为 1:1, 1:2, 1:3, 1:6 和 1:9。试验结果证明,样品与碳粉用量以 1:2 最佳。其优点是弧焰稳定,并能提高镍、钒等的谱线强度。

\* 中国科学院海洋研究所调查研究报告第 446 号

参加本工作的还有华文征,王奇,李明兹,杨惠敏等同志。本文承纪明侯、顾宏堪、黄华瑞、赵一阳等同志帮助指导,特此致谢。

内标 选用钨和锡(光谱纯)。

#### 四、分析线对及测定含量范围

如表 1 所示。

表 1 分析线对及测定含量范围

杂 质 线	内 标 线	测 定 含 量 范 围 %
Ga 2943	Sn 3175 或 Pd 3421	0.001—0.1
Ti 3088	Sn 3175 或 Pd 3421	0.03—1
Ba 4934	Sn 3175 或 Pd 3421	0.01—0.3
V 3184	Sn 3175 或 Pd 3421	0.001—0.03
Ni 3050	Sn 3175 或 Pd 3421	0.001—0.03
Cu 3274	Sn 3175 或 Pd 3421	0.001—0.01
Mn 2801	Sn 3175 或 Pd 3421	0.003—0.1
Cr 4254	Sn 3175 或 Pd 3421	0.003—0.03

工作曲线是以  $\Delta S$  对  $\log C$  绘制。

#### 五、仪器及工作条件

摄谱仪: ИСП-28 型。

光源: 可控硅直流, 电压 220V。

电流: 6—12 A (前 15 秒从 6 A 逐渐升至 12 A)。

狭缝: 20 微米。

中间光阑: 3.2 毫米。

曝光时间: 35 秒。

电极: 上电极呈尖形, 下电极呈小孔形。孔的直径为 2 毫米, 深度为 6 毫米, 壁厚为 0.7 毫米。

直接将样品放在碳电极内于弧焰中蒸发激发。这种方法操作简便, 应用广泛。

相板: Agfa。

显影条件: 显影液 D-11, 显影温度为 21°C, 显影时间为 2 分钟 (Ba, Cr 长波部分) 和 2.5 分钟 (其它元素)。

测微光度计: 蔡氏二型、S 标尺。

#### 六、误差统计

各分析元素的回收率与误差如表 2 所示。

表2 各分析元素的回收率与误差

分析元素	Ga	Ti	Ba	V	Ni	Cu	Mn	Cr
回收率%	96	98	96	115	110	96	88	96
均方误差%	± 5.4	± 5.4	± 5	±10.4	± 7.8	± 9.0	± 10	± 8.1
备注	均方误差计算是同一个样品摄 11 条谱							

## 七、对沉积物的分析

用上述分析方法和条件,对我国沿海沉积物进行了八种元素的定量分析(结果见表3)。

表3 我国沿海沉积物中各元素含量

站号	各种元素百分含量							
	Ga	Ti	Ba	V	Ni	Cu	Mn	Cr
B 87	0.0016	0.02188	0.0724	0.0072	0.0022	0.0025	0.0525	0.0104
B 157	0.0006	0.2754	0.0457	0.0091	0.0019	0.0013	0.0617	0.0079
B 211	0.0010	0.3631	0.0549	0.0079	0.0014	0.0017	0.0724	0.0072
B 268	0.0010	0.3388	0.0457	0.0069	0.0011	0.0027	0.0708	0.0079
B 315	0.0009	0.5248	0.0602	0.0063	0.0016	0.0015	0.1175	0.0072

## 八、讨 论

(1) 提高分析准确度的办法之一是采用小孔径的电极。这种电极摆动性小,稳定性好。它比大孔径电极所得到的谱线强度强,因而灵敏度高。由于细电极截面小,电流密度增大,使弧焰随之上升,样品蒸发和激发均较完全。

(2) 本方法采用相应的基体配制标准,这样组成影响较小,可忽略不计。这是获得良好的再现性和准确度的依据。

(3) 目前,国内外均采用缓冲物质和载体,来提高光谱分析的灵敏度和准确度。这一有效途径,已逐渐受到重视,并具有广泛应用的前景。还有的采用混合缓冲剂。如用  $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{CaCO}_3 + \text{K}_2\text{CO}_3 + \text{C}$  或  $\text{K}_2\text{SO}_4 + \text{CaCO}_3 + \text{C}$  等办法,但这容易因试剂不纯,而引进杂质。我们采用了两倍的高纯碳粉,起到了缓冲剂及载体的作用,消除了因缓冲剂及载体不纯而带来的附加强度的影响。同时,采用两倍碳粉还能增加谱线强度,以及弥补基体与样品主成分上可能存在的差异。

## 参 考 文 献

- [1] 酒井昭四郎, 1966. 分光研究. 15 (2): 56.  
[2] Боровик-романова, Т. Ф., Беляев, Ю. И., Куценко, Ю. И., Павленко, Л. И., Савинова, Е. Н., Фарафонов, М. М., 1962. Спектральное определение редких и рассеянных элементов. стр. 205.

## A STUDY ON THE METHOD OF QUANTITATIVE SPECTROMETRIC DETERMINATION OF SOME MINOR ELEMENTS IN MARINE SEDIMENTS\*

Liu Baoshan

(*Institute of Oceanology, Academia Sinica*)

The small hole electrodes, silicon controlled D. C. light source and pure graphite powder two times the amount of the sample are used in the determination. Such amount of graphite may act both as a buffer and a carrier, diminishing the influence of increased intensity caused by the impurities of the additional buffer and carrier, increasing the intensity of spectral line of V and Ni and decreasing the differences in the fundamental elements between the base and the sample at the same time.

The error of average square-root for Ga, Ti, Ba, V, Ni, Cu, Mn and Cr are  $\pm 5.4$ ,  $\pm 5.4$ ,  $\pm 5.0$ ,  $\pm 10.4$ ,  $\pm 7.8$ ,  $\pm 9.0$ ,  $\pm 10$  and  $\pm 8.1\%$  respectively.

---

\* Contribution No. 446 from the Institute of Oceanology, Academia Sinica.