

渗透法应用于辉光放电质谱法样品制备

陈 刚,葛爱景,卓尚军,王佩玲

(中国科学院上海硅酸盐研究所,上海 200050)

Infiltration Technique Applied on the Sample Preparation of GD-MS

CHEN Gang, GE Ai-jing, ZHUO Shang-jun, WANG pei-ling

(Shanghai Institute of Ceramics, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 200050, China)

Abstract: Non-conducting powder samples usually are mixed with a conducting host matrix before glow discharge mass spectrometry (GD-MS) determination. Infiltration technique under high pressure was applied on GeO_2 sample preparation of GD-MS. Appropriate parameters of mixing procedure are discussed. This method ensures good homogeneity, relative low contamination and satisfying precision. Analytical results indicate that infiltration technique is suitable for the production of oxide samples.

Key words: glow discharge mass spectrometry (GDMS); Oxide powder; Infiltration technique

中图分类号: O657.63 文献标识码: A 文章编号: 1004-2997(2006)增刊-29-02

辉光放电质谱法(GD-MS)已广泛应用于固体高纯金属及半导体材料的痕量及超痕量杂质元素分析。由于目前的辉光放电质谱仪均采用直流离子源,要求样品具有一定的导电性。对于非导电性粉体材料的分析,一般采用导电材料与样品混合的方法^[1]。需要考虑的问题有 1) 导体材料应有足够纯度; 2) 混合的均匀性好; 3) 混合过程是否容易引入玷污; 4) 制样成本和复杂性。目前常用的混合方法包括: 1) 直接把粉体样品滚粘在金属棒上,这种方法较为简单,但制样重复性差,只能定性或半定量分析,且不适用于所有样品。2) 用金属粉末如与样品直接混合再压制成型。后种方法较多采用,但方法相对较为复杂,在制样过程中易引入污染,且不易选择导体

材料,混合比例不易确定。

压力渗透法利用高纯低熔点金属溶化后的流动性,渗透到粉体的空隙中,制得的样品一次成型,可以大大降低污染的可能性^[2]。渗透制样法目前尚未在 GD-MS 制样中获得广泛应用,本工作拟采用此方法分析高纯 GeO_2 粉体样品。

1 试验部分

1.1 主要仪器与装置

VG9000 辉光放电质谱仪: 英国 Thermo Elemental 产品^[3]。渗透法装置结构简图示于图 1。

1.2 主要材料与试剂

高纯金属 In(6N), 英国 goodfellow 公司, TMI=1 000 ng/g.

1.3 制样方法

样品放入 25 mm× \varnothing 3 mm 的圆柱状聚四氟乙烯容器底部, 一根尺寸为 20 mm× \varnothing 3 mm 的金属 In 棒置于样品上方。容器置于密闭的铜制加热炉腔中, 炉腔中可通入高压氩气。金属 In 被加热融化后在氩气的压力下填满样品粉末的空隙, 冷却凝固后制得混合样品, 分析部位位于金属 In 棒头部 3~4 mm 处, 用于 GD-MS 测定。

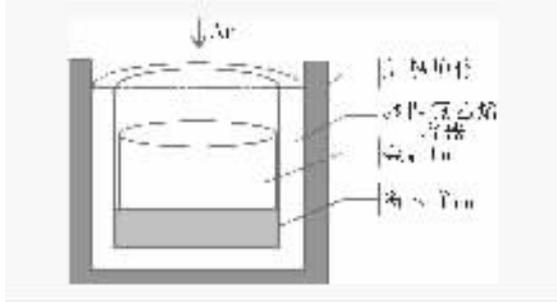


图 1 制样装置结构简图

Fig. 1 Schematic of the device for sample preparation

2 结果与讨论

2.1 制样条件的选择

样品本身的特性如粒度, 是影响渗透过程的重要因素。此外在制样过程中选择的样品量、氩气压力、温度以及保温时间等参数可能对最终成型的样品有一定影响。采用 JXA-8100 电子探针仪对制得的 GeO_2 在金属 In 中的分布情况进行分析(见图 2)。由图 2 可以看出, 金属 In(图中白色物)已均匀渗透到 GeO_2 粉末(图中黑色物)的空隙中, 表明样品获得了较好的均匀。

2.2 分析结果

实验选取日常分析中最易出现污染的元素 Na、Mg、Al、Si、Fe 进行 GD-MS 半定量分析测定, 考察采用渗透制样法可能对样品的污染情

况。通过对同一批高纯 GeO_2 样品制成的 3 个样品进行测定, 结果为 Na(19 ng/g, $RSD\% = 41$)、Mg(18 ng/g, $RSD\% = 44$)、Al(220 ng/g, $RSD\% = 31$)、Si(260 ng/g, $RSD\% = 31$)、Fe(100 ng/g, $RSD\% = 20$)。结果显示样品未被污染。考虑到被测元素处于极低的含量范围, 半定量分析精密度令人满意。

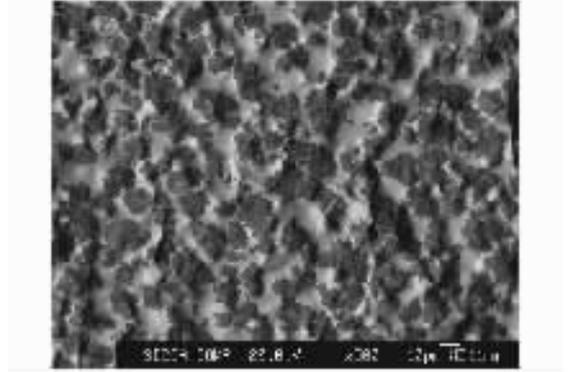


图 2 GeO_2 粉末在金属中的分布

Fig. 2 Distribution of GeO_2 powder in Indium

3 结论

采用渗透制样方法制备样品, 适用于 GeO_2 等高纯氧化物粉末等非导电材料的 GD-MS 分析。样品混合均匀性好, 不易发生污染, 分析精度满意。样品的粒度等特性对制样的具体影响仍有待进一步研究。

参考文献:

- [1] 赵墨田, 曹永明, 陈刚, 等. 无机质谱概论[M]. 北京: 化工出版社, 2006
- [2] Battagliarin M, Sentimenti E, Scattolin R. Spectrochim Acta, 1995, 50B: 13-25.
- [3] Robinson K, Nayler R. Eur Spectrosc News, 1986, 68: 18-22.