



液体激光显微光谱仪*

激光显微光谱仪试制小组

(吉林省冶金研究所)

激光显微光谱分析是六十年代以来发展起来的一门新技术。主要用于地质、冶金、化工、生物、医学、考古等部门的样品的微区分析。

遵照毛主席“独立自主，自力更生”的教导，我们“三结合”试制小组的全体同志，发扬敢想、敢干的革命精神，因陋就简，从“土”到“洋”，经过一年半的反复实验，于一九七二年十一月试制成功了液体激光显微光谱仪。

一、仪器的工作原理及其结构

液体激光显微光谱仪，是用无机液体 $PoCl_3-SnCl_4-Nd^{3+}$ 体系与 $PoCl_3-ZrCl_4-Nd^{3+}$ 体系作为激光工作物质

的。发射出 1.06μ 的单色光，经显微镜瞄准分析部位，将激光光束聚焦在分析样品上，物质立即气化产生等离子体，当等离子体迅速上升通过辅助电极（先加上高

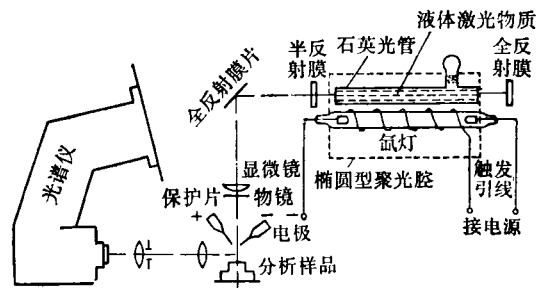


图1 液体激光显微光谱仪装置原理图

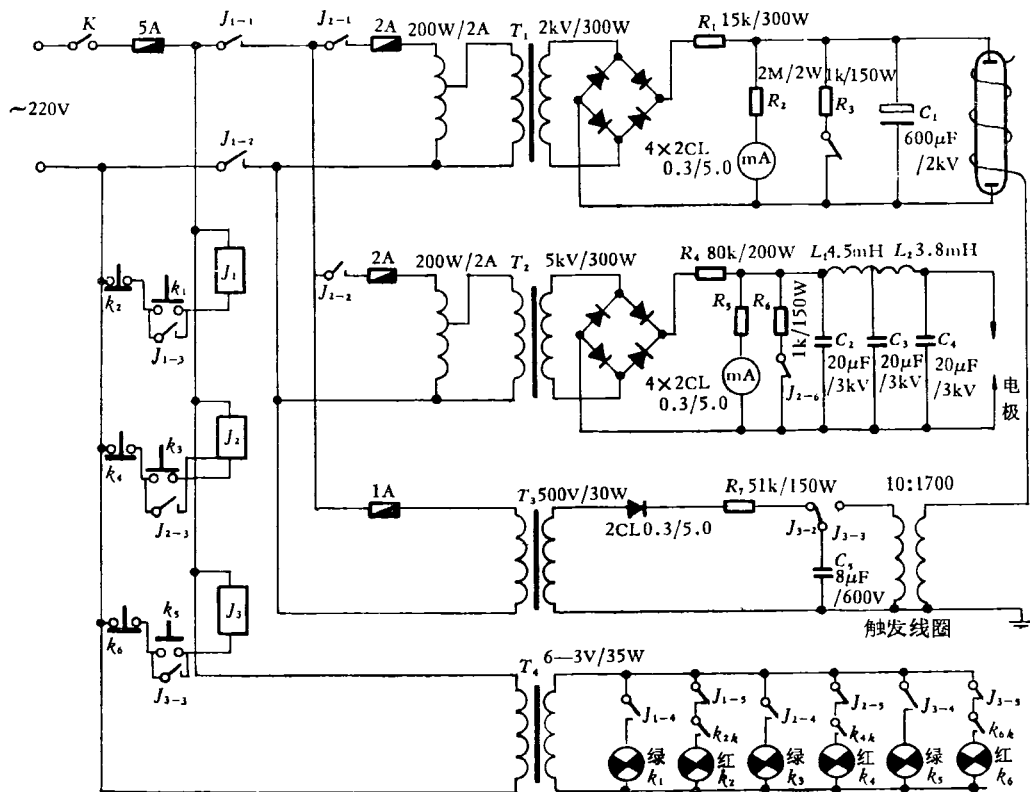


图2 液体激光显微光谱仪电源线路图

* 1973年12月24日收到。

压)间隙时,引起电极放电,物质被激发而发光,用光谱仪记录下元素的光谱,即可对样品的微区成分进行研究。

1. 液体激光显微光谱仪的组成部分

液体激光显微光谱仪由四个部分组成。其装置原理如图 1 所示。

(1) 液体激光器 石英光管、液体工作物质、脉冲氙灯、椭圆形聚光腔、全反射介质膜、半反射介质膜。

(2) 显微瞄准系统 全反射膜片、目镜、物镜、保护玻璃片。

(3) 光谱仪 中型水晶摄谱仪,三透镜光学系统。

(4) 电源 氙灯能源、触发及辅助电极能源是装在一起的,工作时是同步的。

我们使用的主要器件的数据如表 1。

电源线路及元件参数见图 2。此线路需用的材料较少,比较简单。

2. 液体激光的特点

我们使用的液体激光物质,是中国科学院吉林应

表 1 主要器件数据表

器件	数 据	提供单位
液体物质	① $PoCl_3-SnCl_4$ 体系, 发散角约 3 毫弧度	中国科学院吉林应化所
	② $PoCl_3-ZrCl_4$ 体系, 发散角约 1.5 毫弧度	
石英光管	① $\phi_{\text{内}}8 \times 160\text{mm}$, 端面平行度 $15''$	"
	② $\phi_{\text{内}}5 \times 160\text{mm}$, 端面平行度 $15''$	
介质膜片	全反射膜 $\phi 20\text{mm}$, 反射率 99% 以上, 波长 1.06μ	上海光机所
	半反射膜 $\phi 20\text{mm}$, 透过率 52%, 波长 1.06μ	上海海光玻璃制品厂
椭圆形聚光腔	长轴 60mm, 短轴 54.54mm 腔体长 155mm 腔体内镀银光洁度 $\Delta \Delta \Delta \Delta 12$	

用化学研究所研制的。经我们两年多时间的使用,初步认为有下列几方面的特点:

(1) 阈值低,转换效率高,1% 以上。

(2) 不怕紫外线照射,使用寿命长。我们已经使用两年多了,没有出现沉淀和产生气泡,而且液体的颜

表 2 液体激光显微光谱灵敏线表

元 素	λ (Å)	eV	灵敏度(%)	备 注	元 素	λ (Å)	eV	灵敏度(%)	备 注
Zn	I 3345	7.8	0.001		W	I 2944.39	4.57	0.001	
Co	I 3453.5	4.02	0.001		Mg	II 2795.53	12.08		灵敏线 次灵敏线
Ni	I 3458.5	3.8	0.001		II 2790.79	16.50			
	I 3515.05	3.63	0.001		Ge	I 3039.064	4.90	0.001	
	I 3524.5	3.54	0.001		I 2497.96	12.84	0.001		
	I 3414.77	3.65	0.001		Cr	I 3593.49	3.44	0.001	
Ti	II 3372.8	10.05	0.001		I 4254.3	2.91	0.001		
	II 3236.57	10.68	0.001		La	II 3995.75	8.89	0.001	
Ag	I 3382.9	3.66	0.0001		II 3775.72	3.28		灵敏线 次灵敏线	
Be	II 3130.4	13.2	0.0001		I 3519.24	4.49			
	II 3131.07	13.2	0.0001		Ga	I 4172.06	3.07	0.001	
	I 3321.1	6.45	0.001		Ia	II 2685.11	>4.6		灵敏线 次灵敏线
Cu	I 3274	3.78	0.0003		II 3311.16	>3.7			
Ca	II 3933.67	9.3		灵敏线 次灵敏度	Nb	II 3094.183	11.3		灵敏线 次灵敏线
	II 3179.33	13.2			II 3130.78	11.2			
In	I 4511.3	3.0	0.001		Th	II 3538.75	>3.5		灵敏线 次灵敏线
	I 4101.77	3.0	0.001		II 3290.59	>7.3			
	I 3256.09	4.08	0.001		Te	I 2385.76	5.8		灵敏线 次灵敏线
Sn	I 3175.02	4.3	0.001		2530.7	5.5			
Mo	I 3170.35	3.91	0.005		Ce	II 4296.68	2.92		灵敏线 次灵敏线
Mn	II 2949.21	12.8	0.001		II 4418.78	3.19			
	II 2576.1	12.23	0.001		Re	I 3460.47	3.6		灵敏线

色也没有减退,激光能量的输出没有减小。

(3) 工艺简单,成本低。

液体激光射击在分析样品上,产生的等离子体非常集中,不散,所以激发一次就可获得较强的元素光谱。

液体激光的缺点,就是发散角比固体激光大些。

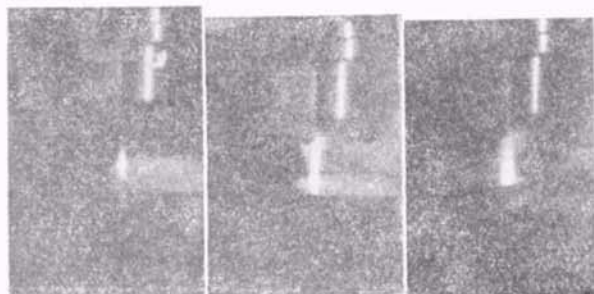


图3 液体激光射击在不同样品上,所产生的等离子体

二、试验结果

1. 激光光束聚焦在分析样品上后,所产生的微区孔径为 $80-300\mu^2$ 。

2. 分析灵敏度为 $0.01-0.0001\%$ 。

3. 一次激发就可获得较强的元素光谱线。激发时间为 10^{-3} 秒。

三、应用范围

激光显微光谱分析是对微小区域进行分析的一种新方法。所以凡是属于微区分析项目,都可以用激光显微光谱进行分析。下面把实际应用例子介绍一下。

1. 矿物鉴定

在显微镜下对常见的几种大量金属矿物容易鉴别,而对于矿物表面物理特性极为相似的矿物就难于

鉴别,应用激光显微光谱进行分析,就可以准确的知道是什么矿物了。如某矿区送来一个薄片,经镜下岩矿鉴定,认为可能是磷钇矿(主要成分是钇和磷),或是褐钇钨矿(主要成分是铈和钽),经激光显微光谱分析,发现主要成分是钙和钛,没有铈钽和钇。这样,就把原来认为的两种矿物给否定了。

2. 查定元素的赋存状态

若知道某种元素赋存在那种矿物里,在显微镜下很难鉴别。过去的方法是在显微镜下,一个颗粒一个颗粒的把单矿物挑出来,然后进行分析。挑单独矿物需要时间长、劳动强度大,而且不易做到准确。现在只要把矿物的矿石,用激光显微光谱分析,就可准确知道某种元素是赋存在那种矿物里了。如某矿区要求查清楚铋是赋存在那种矿物里,在十几年前对这个矿区进行过查定工作,结论是铋赋存在斑铜矿里;后来对这个矿区又进行了查定,产生了两种结论,一种结论认为铋是赋存在辉铋矿(主要成分是硫化铋而不含铜)里;另一种结论认为铋是赋存在黝铜矿(主要成分是硫化铋)里。上述三种结论,那种对,搞不清楚。当用激光显微光谱分析时,发现大量成分是铋和铜,还有少量的银。然后又重新鉴定,就得出了正确结论,铋是赋存在硫铋铜矿中。由于激光显微光谱的出现,给有用的金属综合利用开辟了新的途径。

在样品量少和不准破碎的情况下,要鉴定出组成成分,用激光显微光谱仪就很容易解决。

此外,这种仪器在金属材料中夹杂物的分析以及在医学、考古和其他方面都有重要应用。

应用液体激光作激光显微光谱分析,我们是初次尝试,工作也不够深入,尚有大量试验工作待今后去作。

1) 由于聚焦物镜聚焦本领差,所以孔径较大。

(上接 138 页)

‘下等人’的工具。他们利用他们的知识来破坏社会主义建设事业,公开反对劳动群众。”¹⁾列宁的教导,不能不引起我们极大的注意,引起我们深思和严重警惕。

我们一定要牢记毛主席的教导,努力学习马克思列宁主义,努力学习无产阶级专政的理论,坚决走与工农相结合的道路,不断改造世界观,坚决抵制资产阶级

法权思想的影响,同资产阶级私有观念彻底决裂,为巩固无产阶级专政,为把我国社会主义革命进行到底而奋斗。

1) 列宁,《在全俄教育工作第一次代表大会上的演说》《列宁全集》第 28 卷,人民出版社,(1956),69。