

# 长江口沉积物中常量元素及有关 形态物相定量分析研究

韩建成 李 莉 陈启明 吴欣然 陈邦林 韩庆平

(华东师范大学化学系, 上海)

**摘 要** 本文以熔融制样技术和数学校正分析方法的X射线荧光光谱实验手段,对长江口水域3个站位的10个常量元素进行定量分析. 这10个常量元素分别是钠、镁、铝、硅、磷、钾、钙、钛、锰和铁,获得较好结果. 分析的检出限达到 $10^{-5}$ 左右. 精密度用变差系数 $K$ 表示,  $K < 0.03826$ ,因此具有较高精密度. 最大分析相对误差是0.27%. 此外本文还应用无标分析法的X射线衍射实验手段对同样3个站位样品进行形态物相定量分析. 分析结果表明,长江口3个站位中沉积物主要成分是 $\alpha$ -石英,其次是钠长石、高岭土、绿泥石、伊利石、方解石和蒙脱石等. 分析结果与X射线荧光光谱元素定量分析结果基本一致. 绝大部分物相定量分析误差小于15%. 本文对于了解长江口存在的离子交换、吸附、解吸和絮凝等化学作用过程,均具有重要参考价值.

**关键词** 长江口沉积物 X 荧光 X 衍射 元素定量 物相定量

## 前 言

本文以熔融制样技术的X射线荧光光谱法对长江口水域3个站位为I<sub>2</sub>、II<sub>2</sub>、III<sub>2</sub>的沉积物中10个常量元素进行定量分析,这10个常量元素分别是钠、镁、铝、硅、磷、钾、钙、钛、锰和铁. 熔融制样技术不但可以在一定程度上克服样品的吸收-增强效应<sup>[1]</sup>,而且能够有效克服样品的不均匀性、粒度效应和矿物效应等各种基本效应. 为了更有效减少基体效应,特别是样品中元素间的吸收-增强效应等. 因此在分析方法上采用数学校正法. 以12个地球化学标样作为标准样品,用多组分标样代替纯元素标样. 标准样品不仅有准确的化学分析值,而且各元素含量范围与待测样品相应. 应用Lachance-Trail的校正方程计算 $\alpha$ 系数<sup>[2]</sup>. 本文应用加拿大地质调查局的卢索编写的CILTA程序<sup>[3]</sup>,然后输入PW1404X射线光谱仪的X-40软件,用来进一步校正基体的吸收-增强效应. 一旦标准样品测量完毕,自动打印出理论 $\alpha$ 系数及经

本文于1994-11-06收到,修改稿于1995-07-11收到.

\* 国家自然科学基金资助项目.

$\alpha$ 系数校正后的浓度. 对未知试样的测定亦是如此. 此外, 本文还应用粉末 X 射线衍射法, 采用无标法定量相分析, 分析了长江口水域3个站位沉积物的各种形态物相.

## 1 实验

### 1.1 仪器及操作条件

1. PW1404顺序式 X 射线荧光光谱仪, 使用 Rh 靶 X 光管, 工作电压40kV, 管电流70mA; 丹东 G<sub>6</sub>-1型多道 X 射线荧光光谱仪.

2. SiemensD-500X 射线粉末衍射仪,  $2\theta$  误差优于 $\pm 0.1^\circ$ ,  $\text{CuK}\alpha$ , Ni 滤片, 管压40kV, 管流20mA, 扫描速度 $2^\circ/\text{min}$ , 走纸速度20mm/min; 丹东 Y-2型 X 射线衍射仪.

3. 试样: 长江口水域中外高桥、小九段和白龙港的3个站位试样, 分别用 I<sub>2</sub>、II<sub>2</sub>和 III<sub>2</sub>编号; II<sub>2</sub>加10%分析纯  $\alpha\text{-SiO}_2$  的混合物, 取编号为 IV; III<sub>2</sub>加10%分析纯  $\alpha\text{-SiO}_2$  的混合物, 取编号为 V; I<sub>2</sub>加20%分析纯  $\alpha\text{-SiO}_2$  的混合物, 取编号为 VI.

4. 选用12个国产地球化学标样作为标准样品, 虽然它们的含量是各不相同, 但待测样品的元素基体组分浓度属于标样的浓度范围内. 12个标样是含有试样待测元素硅、铝、铁、钾、钠、镁、钙、钛、锰和磷等10个浓度不同标样, 它们编号分别是 GSD<sub>2</sub>、GSD<sub>6</sub>、GSD<sub>8</sub>、GSD<sub>10</sub>、GSR<sub>11</sub>、GSR<sub>2</sub>、GSR<sub>3</sub>、GSR<sub>4</sub>、GSR<sub>6</sub>、GSS<sub>1</sub>、GSS<sub>5</sub>和 GSS<sub>7</sub>. 元素的分析条件见表1.

表1 元素的分析条件

元素及其特征线	狭缝*	分析晶体	2 $\theta$ 角度(°)			探测器**	PHA***		测量时间(s)	
			谱线	正背景	负背景		上限	下限		
Na	k $\alpha$	C	PX1	27.460	2.00	2.00	FL	20	75	200
Mg	k $\alpha$	C	PX1	22.725	1.60	1.60	FL	30	70	100
Al	k $\alpha$	F	PE	144.825	1.90	—	FL	20	80	60
Si	k $\alpha$	C	PE	109.245	5.00	—	FL	20	80	60
P	k $\alpha$	C	PE	89.570	3.50	—	FL	38	72	100
K	k $\alpha$	F	LiF200	136.750	—	3.50	FL	20	80	40
Ca	k $\alpha$	F	LiF200	113.185	—	4.00	FL	25	75	40
Ti	k $\alpha$	F	LiF200	86.215	—	3.50	FL	8	80	60
Mn	k $\alpha$	F	LiF200	63.015	1.50	—	FL	20	70	60
Fe	k $\alpha$	F	LiF200	57.550	—	2.50	FL	15	70	40

\*粗狭缝 C 为550 $\mu\text{m}$ , 细狭缝 F 为150 $\mu\text{m}$ .

\*\* FL 指流气正比计数器.

\*\*\* PHA 指脉冲高度分析器.

### 1.2 X 射线荧光光谱法制样方法

将试样研磨均匀后, 在105 C条件下, 烘干2h, 准确称取1.000g 试样; 另外加入 Li<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub> 2.400g、LiBO<sub>2</sub> 4.400g 和 NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub> 1.0g; 将上述混合物放置在5% Au-95% Pt 坩锅内均匀混合,

随后在850℃条件下预氧化10min, 再在1 200℃条件下熔样0.5h. 最后加入少量NH<sub>4</sub>I作为脱膜剂, 待熔液成为清液后, 在1 200℃条件下在马弗炉中成型, 冷却后形成φ40mm玻璃圆片, 底表面分别用120目和500目刚玉磨沙在预磨机上磨平, 洗净表面待测. 应用同样制样方法, 制备12个标样和3个已知浓度未知样品GSD<sub>3</sub>、GSR<sub>5</sub>和GSS<sub>2</sub>.

为了测定试样的烧失重, 在已恒重的Pt坩锅内, 准确称重经干燥的0.5g试样, 在煤气灯上灼烧至约1 000℃并称至恒重, 将测定烧失重作为固定浓度形式, 在测量样品时输入软件, 以校正烧失重对分析元素的影响.

### 1.3 X射线荧光光谱法对标准样品中各基体组分校正

根据 de Jough 提出经验校正模型

$$C_i = D_i + E_i I_i (1 + \sum_{i \neq j} \alpha_{ij} C_j), \quad (1)$$

式中,  $\alpha_{ij}$ 是适合于熔融片系统修正的系数,  $I_i$ 是*i*元素分析线的净强度,  $D_i$ 和 $E_i$ 是工作曲线的回归因子,  $D_i$ 和 $E_i$ 的计算采用Deming的加权最小二乘法<sup>[4]</sup>,  $C_i$ 和 $C_j$ 分别表示*i*组分和*j*组分含量(百分浓度). 本文中使用的CILIA程序中, 计算理论 $\alpha_{ij}$ 系数所需的基本参数, 随后计算理论 $\alpha$ 系数并自动打印出 $\alpha$ 系数校正后的浓度. 另外, 由烧失重引起待测元素的理论 $\alpha$ 系数可同时计算, 并一起作为固定的理论 $\alpha$ 系数输入PW 1404X荧光仪中X-40软件内. 对未知样的测定亦是如此.

对12个在分析浓度范围内的已知标准样品来说,  $C_i$ 和 $C_j$ 为已知, 元素分析线的净强度和熔融体系的理论 $\alpha$ 系数可以测定, 根据式(1)由X-40软件可自行迭代计算出各待测元素相应的仪器因子 $D_i$ 和 $E_i$ .

表2列出12个标样中各常量元素分析线的净强度; 表3列出标样中各待测元素的工作曲线常数; 表4列出12个标样中分析元素含量较高的Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、SiO<sub>2</sub>和Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>浓度校正前后的比较值, 未校正的浓度是指仅用线性回归法(未用 $\alpha$ 系数)所获得的浓度值; 表5列出标样中各元素的基体校正前后的RMS和K值.

表2 标样中各常量元素分析线的净强度 (单位: KCPS)

标样	Na <sub>2</sub> O	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	TiO <sub>2</sub>	MnO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
GSD <sub>2</sub>	0.312 8	0.055 8	1.299 5	22.910 4	0.019 7	6.248 2	0.350 3	0.458 5	0.318 8	16.357 0
GSD <sub>6</sub>	0.242 4	0.770 0	1.145 0	19.937 8	0.097 7	2.990 7	5.376 3	1.574 9	0.985 0	49.555 1
GSD <sub>8</sub>	0.101 4	0.078 5	0.635 9	27.473 9	0.016 0	3.585 5	0.361 6	1.277 6	0.395 0	18.987 9
GSD <sub>10</sub>	0.034 5	0.042 2	0.229 1	29.779 8	0.025 1	0.163 9	0.993 5	0.436 6	1.082 2	34.055 7
GSD <sub>11</sub>	0.075 0	0.167 2	0.852 5	25.071 5	0.022 4	3.959 2	0.680 1	0.719 3	2.509 8	37.519 3
GSR <sub>2</sub>	0.406 0	0.435 4	1.308 6	19.628 5	0.100 9	2.333 0	7.182 4	1.019 0	0.653 6	41.345 4
GSR <sub>3</sub>	0.344 4	1.956 1	1.081 3	14.188 1	0.400 9	2.946 8	12.306 0	4.654 3	1.267 3	103.614
GSR <sub>4</sub>	0.038 1	0.032 9	0.289 8	30.326 8	0.089 6	0.810 9	0.416 5	0.538 2	0.218 4	28.272 0
GSR <sub>6</sub>	0.026 5	1.380 1	0.421 5	5.587 0	0.028 7	1.684 0	56.119 9	0.568 4	0.429 7	18.932 7
GSS <sub>4</sub>	0.042 7	0.133 6	1.940 5	16.469 6	0.066 3	1.358 1	0.406 0	3.991 1	1.570 5	90.883 4
GSS <sub>5</sub>	0.039 1	0.162 2	1.758 4	16.992 5	0.036 0	1.945 9	0.145 8	2.311 4	1.468 8	110.436
GSS <sub>7</sub>	0.031 4	0.060 2	2.379 3	10.417 8	0.111 6	0.275 1	0.246 5	7.801 5	1.943 8	163.678

表3 标样中各待测元素的工作曲线常数

回归因子	Na <sub>2</sub> O	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	TiO <sub>2</sub>	MnO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
D <sub>i</sub>	-0.335 64	-0.029 95	-0.044 64	-0.340 46	-0.001 89	-0.015 40	-0.019 32	0.008 36	-0.006 77	-0.015 85
E <sub>i</sub>	10.018 14	3.788 72	11.979 47	2.966 22	2.011 36	0.746 84	0.680 89	0.459 17	0.150 49	0.139 72

表4 12个标样中分析元素含量较高的 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、SiO<sub>2</sub>和 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>浓度校正前后的比较值

标样编号	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>					SiO <sub>2</sub>					Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>				
	化学值	未校正	误差 (%)	校正后	误差 (%)	化学值	未校正	误差 (%)	校正后	误差 (%)	化学值	未校正	误差 (%)	校正后	误差 (%)
GSD <sub>2</sub>	15.72	15.94	0.22	15.80	0.08	69.90	69.72	-0.18	70.27	0.37	1.89	1.95	0.06	1.90	0.01
GSD <sub>6</sub>	14.16	14.04	-0.12	14.08	-0.08	61.23	60.64	-0.59	61.29	0.06	5.88	5.82	-0.06	5.85	-0.03
GSD <sub>8</sub>	7.71	7.79	0.08	7.73	0.02	82.92	83.65	0.73	82.45	-0.47	2.20	2.26	0.06	2.19	-0.01
GSD <sub>10</sub>	2.84	2.79	-0.05	2.82	-0.02	88.89	90.69	1.80	88.42	-0.47	3.86	4.01	0.15	3.87	0.01
GSD <sub>11</sub>	10.37	10.45	0.08	10.39	0.02	76.25	76.32	0.07	76.00	-0.25	4.39	4.42	0.03	4.37	-0.02
GSR <sub>2</sub>	16.17	16.05	-0.12	16.08	-0.09	60.62	59.70	-0.92	60.66	0.04	4.90	4.86	-0.04	4.90	0.00
GSR <sub>3</sub>	13.83	13.26	-0.57	13.77	-0.06	44.64	43.09	-1.55	44.70	0.06	13.40	12.13	-1.27	13.19	-0.21
GSR <sub>4</sub>	3.52	3.54	0.02	3.55	0.03	90.36	92.36	2.00	90.35	0.01	3.22	3.34	0.12	3.23	0.01
GSR <sub>6</sub>	5.03	5.15	0.12	5.03	0.00	15.60	16.83	1.23	15.41	-0.19	2.52	2.25	-0.27	2.53	0.01
GSS <sub>4</sub>	23.45	23.81	0.36	23.59	0.14	50.95	50.06	-0.89	51.22	0.27	10.30	10.64	0.34	10.34	0.04
GSS <sub>5</sub>	21.58	21.58	0.00	21.53	-0.05	52.57	51.65	-0.92	52.96	0.39	12.62	12.92	0.30	12.67	0.05
GSS <sub>7</sub>	29.26	29.20	-0.06	29.26	0.00	32.69	31.58	-1.11	32.87	0.18	18.76	19.14	0.38	18.88	0.12

表5 标样中各元素的基体校正前后的 RMS 和 K 值\*

基体组分	浓度范围	RMS		K	
		校正前	校正后	校正前	校正后
Na <sub>2</sub> O	0.04%~3.86%	0.124 26	0.063 27	0.154 06	0.037 58
MgO	0.082%~7.77%	0.077 33	0.029 88	0.049 64	0.038 25
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2.84%~29.26%	0.238 28	0.070 97	0.062 67	0.017 97
SiO <sub>2</sub>	15.60%~90.36%	1.256 20	0.308 97	0.180 77	0.039 93
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.032%~0.95%	0.006 83	0.003 92	0.015 91	0.009 25
K <sub>2</sub> O	0.125%~5.19%	0.080 11	0.052 32	0.064 36	0.031 26
CaO	0.095%~35.67%	0.489 35	0.079 86	0.130 45	0.024 82
TiO <sub>2</sub>	0.21%~3.36%	0.096 29	0.016 39	0.064 55	0.013 25
MnO	0.02%~0.32%	0.008 67	0.004 43	0.017 45	0.008 63
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1.89%~18.76%	0.457 26	0.080 06	0.137 16	0.021 90

\*  $RMS = \sqrt{\frac{\sum (c_i - c_{cal})^2}{n - K}}$ ,  $K = \sqrt{\frac{\sum [(c_i - c_{cal})^2 / (c_i + c)]}{n - K}}$   $c_i$ : 标样的浓度;  $c_{cal}$ : 标样回归浓度;  $n$ : 标样的数目;  
 $K$ : 利用标样计算的系数数目 ( $K=0$ );  $c_i + c$ : 标样的线性加权函数;  $c$ : 常数项, 通常取0和1.

#### 1.4 X 射线荧光光谱法测定未知试样长江口水域3个站位中沉积物常量元素定量分析

为了进一步验证方法的准确性, 配制3个已知浓度标样, 分别取 GSD<sub>3</sub><sup>\*</sup>、GSR<sub>5</sub><sup>\*</sup> 和 GSS<sub>3</sub><sup>\*</sup> 标样, 进行 X 射线荧光光谱测定, 所得数据见表6.

表6 GSD<sub>3</sub><sup>\*</sup>、GSR<sub>5</sub><sup>\*</sup> 和 GSS<sub>3</sub><sup>\*</sup> 试样分析结果 (%)

基体组分	GSD <sub>3</sub> <sup>*</sup>		GSR <sub>5</sub> <sup>*</sup>		GSS <sub>3</sub> <sup>*</sup>	
	化学值	光谱值	化学值	光谱值	化学值	光谱值
Na <sub>2</sub> O	3.50	3.56	0.35	0.32	1.66	1.65
MgO	4.14	4.10	2.01	1.98	1.81	1.79
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	14.83	14.86	18.82	18.90	14.18	14.33
SiO <sub>2</sub>	58.43	58.59	59.23	59.20	62.60	62.58
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.34	0.35	0.16	0.16	0.17	0.17
K <sub>2</sub> O	2.77	2.76	4.16	4.10	2.59	2.61
CaO	4.60	4.60	0.60	0.62	1.72	1.77
TiO <sub>2</sub>	0.98	0.97	0.66	0.67	0.81	0.81
MnO	0.12	0.12	0.02	0.02	0.23	0.22
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	7.35	7.37	7.60	7.61	5.19	5.21
∑	99.47	99.69 <sup>**</sup>	99.58	99.55 <sup>**</sup>	99.55	99.73 <sup>**</sup>

\* GSD<sub>3</sub>、GSR<sub>5</sub>和 GSS<sub>3</sub>的烧失重分别为2.41%、5.97%和8.59%。 \*\* 10个基体组分的浓度和烧失重之和。

长江口水域3个站未知试样 I<sub>2</sub>、II<sub>2</sub>和 III<sub>2</sub>, 经 X 射线荧光光谱测定, 所得数据见表7.

表7 长江口水域3个站未知试样 I<sub>2</sub>、II<sub>2</sub>和 III<sub>2</sub>元素分析结果 (%)

试样	LOI	Na <sub>2</sub> O	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	TiO <sub>2</sub>	MnO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	∑ <sup>*</sup>
I <sub>2</sub>	2.940	2.153	1.556	10.463	73.776	0.125	2.374	1.990	0.520	0.090	4.100	100.087
II <sub>2</sub>	7.340	1.700	2.341	11.711	64.828	0.142	2.239	4.520	0.761	0.086	4.687	100.354
III <sub>2</sub>	7.000	1.614	0.706	11.745	63.894	0.173	2.145	4.538	0.971	0.103	5.417	100.307

  

试样	Na	Mg	Al	Si	P	K	Ca	Ti	Mn	Fe
I <sub>2</sub>	1.597	0.938	5.537	34.490	0.054	1.971	1.422	0.312	0.070	2.868
II <sub>2</sub>	1.261	1.412	6.197	30.307	0.062	1.858	3.231	0.456	0.066	3.278
III <sub>2</sub>	1.197	1.632	6.215	29.870	0.076	1.780	3.244	0.582	0.080	3.789

\* ∑指10个基体组分加烧失重总和, 烧失重以 LOI 符号表示。

#### 1.5 X 射线衍射无标法测定未知试样长江口水域3个站位中沉积物常量元素的物相定量分析

无标法测定未知试样的依据是:

$$\left\{ \begin{array}{l} \sum_{i=1}^n (1 - \frac{I_{ij}}{I_{is}}) \mu_i^* X_{is} = 0, \quad 1 \leq j \leq n, \\ \sum_{i=1}^n X_{is} = 1 \quad i \neq n \end{array} \right. \quad (2)$$

$$\left\{ \begin{array}{l} \sum_{i=1}^n X_{is} = 1 \quad i \neq n \end{array} \right. \quad (3)$$

式中,  $I_{is}$ :  $s$  试样的第  $i$  相的衍射强度;

$I_{ij}$ :  $j$  试样的第  $i$  相的衍射强度;

$X_{is}$ :  $s$  试样的第  $i$  相的重量百分数;

$\mu_i^*$ :  $i$  相的质量吸收系数.

应用 X 射线衍射无标定量法测定长江口水域 3 个站位沉积物常量元素物相定量分析, 该方法优点不需标样, 其结果见表 8.

表 8 长江口水域 3 个站位沉积物未知试样 I<sub>2</sub>、II<sub>2</sub>和 III<sub>2</sub>物相定量分析结果

试 样	$\alpha$ -石英	伊利石	钠长石	绿泥石 和高岭土	蒙脱石 和方解石	
I <sub>2</sub>	69.42	3.95	11.38	13.24	2.01	
II <sub>2</sub>	66.31	4.88	13.12	10.22	5.48	
III <sub>2</sub>	64.86	5.91	10.10	7.26	11.88	
IV	实验值	72.15	3.85	10.45	8.65	4.90
	理论值	73.68	4.39	11.80	9.20	4.93
V	实验值	71.80	4.61	8.05	6.17	9.37
	理论值	72.07	5.32	9.08	6.53	10.69
VI	实验值	77.11	2.90	8.28	7.35	4.36
	理论值	82.89	3.90	10.49	8.18	4.38

## 2 结果与讨论

(1) 由表 5 列出的 12 个标样中各分析元素基体, 经理论  $\alpha$  系数对基体进行校正,  $RMS$  和  $K$  值大大减小. 其中分析元素含量较高的  $Al_2O_3$ 、 $SiO_2$  和  $Fe_2O_3$  和  $RMS$  值分别从 0.238 28、1.256 20 和 0.457 26 减小到 0.070 97、0.308 97 和 0.080 06, 它们的  $K$  值分别从 0.062 67、0.180 77 和 0.137 16 减小到 0.017 97、0.039 93 和 0.021 90. 由表 4 所列数据可知, 标样回归结果与标准值的最大误差分别从 0.57%、2.00% 和 1.27% 减小到 0.14%、0.47% 和 0.21%. 所以基体效应的数学校正对熔融片体系是必要的, 从而说明该方法是可信的.

(2) 从配制 3 个已知浓度标样  $GSD_3^*$ 、 $GSR_5^*$  和  $GSS_3^*$  的 X 射线荧光光谱测定结果考察, 见表 6. 将光谱值与化学值相比较, 最大分析误差绝对值是 0.16% ( $SiO_2$  分析值), 最大分析相对误差是 0.27%, 这说明应用理论  $\alpha$  系数对于地球化学试样熔融片进行基体效应的数学校正是成功的, 进一步说明该方法是可信的, 具有较高精度.

(3) 从长江口水域 3 个站位中未知物试样 I<sub>2</sub>、II<sub>2</sub>和 III<sub>2</sub>元素分析结果取得信息, 见表 7. 在长江口水域 3 个站位沉积物中, 硅的含量明显高于其他元素含量, 随后依次是铝、铁、钙、钾、

钠、镁、钛、锰和磷。因此可以说, 长江口水域3个站位沉积物中二氧化硅含量占主导地位, 另外, 存在不同形态的硅铝酸盐等。

(4) 从试样Ⅳ、Ⅴ和Ⅵ物相百分含量的理论值与实验值比较, 见表8。绝大部分物相分析误差小于15%, 个别物相分析误差大于15%。这说明该方法是可靠的, 具有一定精度。无标法方法本身误差主要来源于样品非晶成分影响。

(5) 从长江口水域3个站位沉积物未知试样Ⅰ<sub>2</sub>、Ⅱ<sub>2</sub>和Ⅲ<sub>2</sub>物相分析取得数据, 见表8, 长江口水域3个站位沉积物主要成分是 $\alpha$ -石英, 其次依次是钠长石、高岭土、绿泥石、伊利石、方解石和蒙脱石等, 由10种常量元素构成7个物相, 这与X射线荧光光谱元素定量分析结果是一致的。

(6) 鉴于有机物存在大量轻原子氮与物相复杂性和X射线衍射峰弥散, 故本文对长江口水域3个站位沉积物中有机物未作元素分析与物相分析。另外, 虽然由X射线荧光光谱定性分析测得长江口水域3个站位沉积物未知试样Ⅰ<sub>2</sub>、Ⅱ<sub>2</sub>和Ⅲ<sub>2</sub>中含有微量元素Cu、Cd、Ni、Co、Pb、Sr和Zr等, 但由于熔融法高倍稀释, 故未能对沉积物中的微量元素进行定量分析。同样, 由于衍射法精度限制, 故亦未能对沉积物中微量元素有关形态物相作定量分析。

(7) 本文仅对长江口水域3个站位沉积物常量元素和有关形态物相进行了定量分析, 分析站位不够多、不够普遍, 因此所得结论有一定局限性。但是, 本文对长江口水域沉积物和悬浮物分析方法有一定普遍意义。另外, 3个站位沉积物有某种程度上代表性, 故本文对长江口水域沉积物中元素分布和物相分布具有一定参考价值。

## 参考文献

- 1 堀田一夫. 分析机器. 1974, 7, 424
- 2 Trail R J and G R Lachance. Can Spectrosc., 1966, 3, 63
- 3 Rousseau R N and F Claisse. X-Ray Spectrum., 1974, 13, 31
- 4 陈远盘, 刁桂年. 光谱学与光谱分析, 1982, 2, 14
- 5 韩建成等著. 多晶X射线结构分析. 上海: 华东师范大学出版社, 1989, 185
- 6 韩建成. 化学世界, 1981, 1, 21
- 7 Eevin L S. J. Appl. Crys., 1977, 10, 147