

光 譜 分 析 講 義

冶金工業部鋼鐵研究院分析室 編

光谱分析讲义

冶金工业部钢铁研究院分析室 编

编辑 刘光祖 设计 周广、童照菴 校对 洁芸

1959年3月第一版 1959年3月北京第一次印刷 11,000册

850×1168•1/32•110,000字•印张 $4\frac{4}{32}$ •插页10•定价0.55元

冶金工业出版社印刷厂印 新华书店发行 书号1444

冶金工业出版社出版(地址:北京市灯市口甲45号)

北京市书刊出版业营业许可证出字第093号

前 言

在今年我国工农业大跃进的形势下，一切事业都在飞跃地发展着。光谱分析在第一个五年计划以前可說是一个空白点，而现在光谱分析已经具有相当的规模，发展速度是惊人的，今后在各方面广泛利用的范围有多大更是不可衡量。尤其是现在我国已经开始自制光谱仪器，今后光谱分析必将成为用在生产以及研究工作上的最普通的一种方法。

目前要求掌握这种分析技术的人已经愈来愈多了，随着我国工业的大跃进，今后还会有更多的人积极要求学习光谱分析。因此我们把过去举办光谱分析训练班时集体编写的讲义整理出版，作为初学光谱分析同志入门学习材料。

这份讲义的特点是浅显易懂。国内已有的光谱分析方面的书籍都是由外文翻译过来的，在文字的浅近和内容的通俗方面受到一定的限制。而这份讲义尽量按照光谱分析的实际情况，用易懂的语法叙述出来，初学者较易接受。

由于编者的能力所限，这本书中的缺点一定不少，希望广大读者提出意见，以便改正。

钢铁研究院分析室

钱振影

一九五八年十二月

目 录

前言	6
----	---

第一章 攝 譜 仪

第一节 ИСП—22 中型攝譜仪	8
第二节 Q—24 型攝譜仪	12

第二章 光譜分析用的光源

第一节 直流弧光光源	22
第二节 交流电弧光源	24
第三节 火花光源	28

第三章 光譜分析用其他仪器

第一节 測微光度計	36
第二节 光譜放大仪	43
第三节 測量显微鏡	45
第四节 氧化銅整流器	47
第五节 碱性鋅鎳蓄電池	49
第六节 电压稳定器	51

第四章 光譜的产生

第一节 原子結構和产生光譜的关系	53
第二节 激发机构和譜綫强度的关系	56

第五章 看譜鏡的应用

第一节 看譜鏡的构造及应用	59
第二节 分析前的准备工作	61
第三节 定性分析	66

第四节	半定量分析	64
-----	-------	----

第六章 感光板

第一节	感光板的构造及其感光原理	65
第二节	乳剂的特性	66
第三节	感光板的灵敏度	70
第四节	感光板的种类	72
第五节	乳剂特性曲线制作的作法	74

第七章 暗室处理

第一节	显影	75
第二节	显影的抑制—停止液	80
第三节	定影	81
第四节	水洗	83
第五节	干燥	83
第六节	暗室操作方法简述	84

第八章 光谱定性分析

第一节	概述	85
第二节	元素的主要分析线的概念	85
第三节	元素的分析灵敏度	86
第四节	试样的处理及摄谱条件的介绍	88
第五节	光谱的观察和检查	89
第六节	检查微量元素的谱线时应注意事项	89
第七节	谱线波长的测定	90

第九章 定量分析

第一节	基本原理	92
第二节	三标准试样法	96
第三节	持久曲线法	97

第四节	控制試样法.....	100
第五节	測光內插法 (光度插入法)	101
第六节	增量法.....	104
第七节	光譜定量分析的一般步驟.....	106
第八节	一些有关矿石、矿物及金屬的定量分析 技术簡要說明.....	103

第十章 光譜定量分析的誤差

第一节	誤差的意义和分类.....	112
第二节	均方誤差的計算.....	113
第三节	均方誤差的意义和应用.....	114
第四节	光譜分析的誤差来源和誤差的分析方法.....	116

第十一章 工厂光譜實驗室

第一节	概述.....	118
第二节	試驗室的設備.....	118
第三节	人員配备及組織領導.....	121
第四节	爐前快速分析.....	122
第五节	一般常用的快速分析条件.....	125
参考文献		125
附录 1	原子量表.....	130
附录 2	鋼中鈰、鎳、錳、鎢、鈦、鉻、鉬、矽、鎂、北的光譜分 析用譜綫图	

光 譜 分 析 講 義

冶金工業部鋼鐵研究院分析室 編

光谱分析讲义

冶金工业部钢铁研究院分析室 编

编辑 刘光祖 设计: 周广、童照菴 校对: 洁芸

1959年3月第一版 1959年3月北京第一次印刷 11,000册

850×1168•1/32•110,000字•印张 $4\frac{4}{32}$ •插页10•定价0.55元

冶金工业出版社印刷厂印 新华书店发行 书号1444

冶金工业出版社出版(地址:北京市灯市口甲45号)

北京市书刊出版业营业许可证出字第093号

目 录

前言	6
----	---

第一章 攝 譜 仪

第一节 ИСП—22 中型攝譜仪	8
第二节 Q—24 型攝譜仪	12

第二章 光譜分析用的光源

第一节 直流弧光光源	22
第二节 交流电弧光源	24
第三节 火花光源	28

第三章 光譜分析用其他仪器

第一节 測微光度計	36
第二节 光譜放大仪	43
第三节 測量显微鏡	45
第四节 氧化銅整流器	47
第五节 碱性鋅鎳蓄電池	49
第六节 电压稳定器	51

第四章 光譜的产生

第一节 原子結構和产生光譜的关系	53
第二节 激发机构和譜綫强度的关系	56

第五章 看譜鏡的应用

第一节 看譜鏡的构造及应用	59
第二节 分析前的准备工作	61
第三节 定性分析	66

第四节	半定量分析	64
-----	-------	----

第六章 感光板

第一节	感光板的构造及其感光原理	65
第二节	乳剂的特性	66
第三节	感光板的灵敏度	70
第四节	感光板的种类	72
第五节	乳剂特性曲线制作的作法	74

第七章 暗室处理

第一节	显影	75
第二节	显影的抑制—停止液	80
第三节	定影	81
第四节	水洗	83
第五节	干燥	83
第六节	暗室操作方法简述	84

第八章 光谱定性分析

第一节	概述	85
第二节	元素的主要分析线的概念	85
第三节	元素的分析灵敏度	86
第四节	试样的处理及摄谱条件的介绍	88
第五节	光谱的观察和检查	89
第六节	检查微量元素的谱线时应注意事项	89
第七节	谱线波长的测定	90

第九章 定量分析

第一节	基本原理	92
第二节	三标准试样法	96
第三节	持久曲线法	97

第四节	控制試样法.....	100
第五节	測光內插法 (光度插入法)	101
第六节	增量法.....	104
第七节	光譜定量分析的一般步驟.....	106
第八节	一些有关矿石、矿物及金屬的定量分析 技术簡要說明.....	103

第十章 光譜定量分析的誤差

第一节	誤差的意义和分类.....	112
第二节	均方誤差的計算.....	113
第三节	均方誤差的意义和应用.....	114
第四节	光譜分析的誤差来源和誤差的分析方法.....	116

第十一章 工厂光譜實驗室

第一节	概述.....	118
第二节	試驗室的設備.....	118
第三节	人員配备及組織領導.....	121
第四节	爐前快速分析.....	122
第五节	一般常用的快速分析条件.....	125
参考文献		125
附录 1	原子量表.....	130
附录 2	鋼中鈣、鎳、錳、鎢、鈦、鉻、鉬、矽、鎂、北的光譜分 析用譜綫图	

前 言

在今年我国工农业大跃进的形势下，一切事业都在飞跃地发展着。光谱分析在第一个五年计划以前可說是一个空白点，而现在光谱分析已经具有相当的规模，发展速度是惊人的，今后在各方面广泛利用的范围有多大更是不可衡量。尤其是现在我国已经开始自制光谱仪器，今后光谱分析必将成为用在生产以及研究工作上的最普通的一种方法。

目前要求掌握这种分析技术的人已经愈来愈多了，随着我国工业的大跃进，今后还会有更多的人积极要求学习光谱分析。因此我们把过去举办光谱分析训练班时集体编写的讲义整理出版，作为初学光谱分析同志入门学习材料。

这份讲义的特点是浅显易懂。国内已有的光谱分析方面的书籍都是由外文翻译过来的，在文字的浅近和内容的通俗方面受到一定的限制。而这份讲义尽量按照光谱分析的实际情况，用易懂的语法叙述出来，初学者较易接受。

由于编者的能力所限，这本书中的缺点一定不少，希望广大读者提出意见，以便改正。

钢铁研究院分析室

钱振影

一九五八年十二月

第一章 攝譜儀

光譜分析工作者的任務是要測定物質中的成份。應用光譜的方法進行測定，可以測定的物質包括金屬、合金、礦物等。做光譜分析要使用的最主要的儀器是攝譜儀。攝譜儀是利用照相方法記錄光譜的儀器。當然除了攝譜儀以外，亦可應用目視的看譜鏡或看譜計觀察光譜，進行分析。無論攝譜或看譜儀器，它們的主要作用都在于分光。一般分光用的儀器兩種，一種是用稜鏡，光柵的分光是由于光的衍射作用。國內光柵攝譜儀應用不廣，所以不擬詳細敘述這種儀器的原理和構造。

稜鏡攝譜儀是國內普遍采用于光譜分析的儀器。在大躍進的形勢下，目前已經在我國數處地方試制成功這種儀器。將來大批生產，采用將更為廣泛。稜鏡攝譜儀中主要起分光作用的是三稜鏡，已如上述。但除三稜鏡以外，無論大中小型攝譜儀都有一些必要的部件：

- 1) 電極架及照明系統
- 2) 狹縫
- 3) 平行光管
- 4) 三稜鏡
- 5) 照相物鏡
- 6) 板盒

電極架的作用，一方面是固定樣品的位置，另一方面并使樣品和發生器間能用電線連接起來，便于通電激發。照明系統使樣品在激發以後所產生的光能成像在狹縫上。最普通的照明方法有單透鏡系統，三透鏡系統。單透鏡系統所得狹縫上的照明可以強些，但照明很不均勻。三透鏡系統所得狹縫上的照明較為均勻，所以定量分析時經常采用。假如光的強度足夠，亦可以不用透鏡，所得狹縫上的照明，也可以是很均勻的。

光線投射到狹縫上以後，狹縫本身可以看作一個發光的

源。狹縫一般都是調整到很細的。定性分析時常用 0.005 毫米左右的寬度。定量分析時常用 0.020 毫米左右。狹縫所發生的光射至平行光管，通過平行光管都成為平行的光，然後投射到三稜鏡的入射面上。因此狹縫的位置是在平行光管的焦點上。

光綫通過三稜鏡以後，由於兩次折射，不同波長的光產生了色散。這些光都投到照相物鏡上。照相物鏡的作用則在於把這些不同波長的光分別聚焦到不同的焦點上。這些焦點連接起來成為一個焦面。照相板盒中放置的感光板的乳劑面就應該和這個焦面相重合，攝得的光譜才是清晰的。

光譜分析在我國應用最廣泛的是中型攝譜儀。這些攝譜儀大多數又是蘇聯出產的 ИСП—22 中型，或是德國出產的 Q—24 型的。為了使讀者便於使用這種儀器，現將其安裝、調整、維護等方面應予注意之處敘述於后。其他型式的儀器的使用不再贅述。總之無論使用何種儀器之前，必須詳細閱讀儀器說明書，通曉儀器性能以後，再行安裝，調整使用，才不致於產生錯誤，或者甚而損壞儀器的精密度。

第一節 ИСП—22 中型攝譜儀

一、用途：

這是利用照相的方法記錄光譜的儀器，可以利用作為鋼鐵、有色合金及礦石等的定性和定量分析。

二、簡單構造及原理：

ИСП—22 中型攝譜儀的光學圖解如圖 1—1。

被分析試料因受電弧發生器或火花發生器的作用而發光，成為光源。光源發出的光需要用透鏡或透鏡組聚光（光源夠強時也可以不用聚光系統），才能將光狹多的投射在狹縫 5 上，這樣狹縫即相當於一新的光源。然後再射到平行光鏡 7 上。因狹縫位於該反射鏡的焦點處，故反射光成為平行光束投向三稜鏡，由於稜鏡的作用使不同波長的光具有不同的折射亦即產生折射現象。然

后以色散的光谱由照像盒物镜聚焦在焦面上，这时焦面上就有不同波长的光所形成狭缝像〔光谱〕。

由于光谱分析要利用不可能用肉眼观察到的紫外光，故需要用感光板摄取光谱，照像板盒内的感光板应放在焦面的位置上。

ИСП—22 中型摄谱仪的外貌见图 (1-2)。

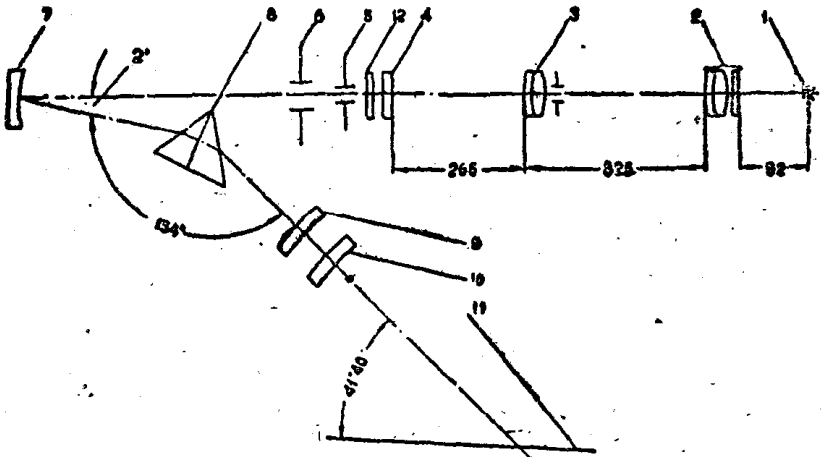


图 1-1 ИСП—22 中型水晶摄谱仪光学图

1—光源；2、3、4—三个透镜的聚光系统；5—狭缝；6—光栏（供减少仪器内散射光之用）；7—反射物镜；8—稜镜；9、10—照像盒物镜；11—为光谱焦面；12—为阶梯减光器或限制狭缝高度之光栏

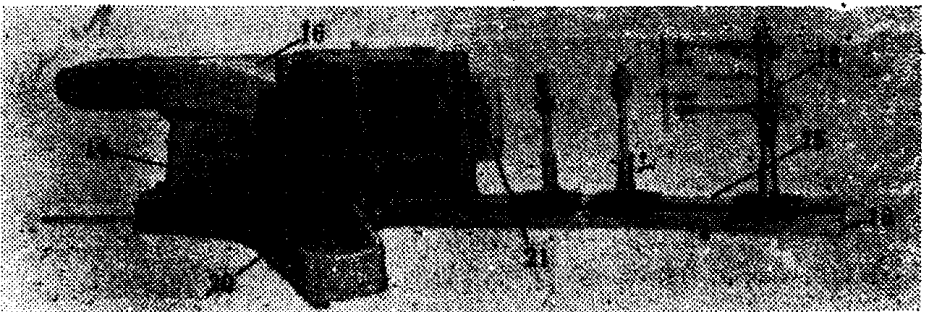


图 1-2

三、仪器的安装与调节：

打开装仪器的箱子时，可见到仪器的某些零件都是分开放置

的，进行安装时应小心地从箱内取出每一个零件。

安装时首先将工作台校正水平。然后将摄谱仪14（见图1—2）放上，接着再将安放光学系统的铁轨装好，用螺旋拴紧，并将铁轨用拴轨螺钉调节水平（可用水平仪检查）。

然后打开摄谱仪上部的小窗16，将稜镜放入其中小台子的槽内，再将物镜放入弓形卡环内，拴紧。然后物镜托的指针对准在证明书所指的刻度上，旋紧螺钉，再关上小窗，用螺钉旋紧。

然后将电极架18放在铁轨上推到狭缝前，将其定位杆拉出使其端面高出狭缝盖的十字中心1毫米；然后推到我应有的光源位置，顺次再依规定的距离加入第一个（ПC—195）及第二个（ПC—196）透镜，第三个透镜是装在狭缝前的。

安装仪器时，要求使狭缝前的照明系统的光轴与狭缝后的色散系统的光轴具有同一水平位置，在实际调整时按下列二种步骤进行：

1. 首先检查铁轨是否水平，其次将光源位置及定位杆位置固定好，再将一对电极放于电极架上，上电极尖端紧接在定位杆的平面上，移去定位杆，将下电极放上，用2毫米定距规准确量度其距离，然后打弧。暂时将ПC—196透镜取下，调整透镜ПC—195位置使成像于狭缝盖上，并令其像与狭缝盖上的十字对称，然后将此透镜移至其规定的位置并予固定。

然后将透镜ПC—196加入，固定于其规定的位置上，调整使其像与狭缝盖上的十字相对称。

2. 经过上述调整照明系统的各个透镜即成一水平光轴。但是色散系统（包括平行光镜，三稜镜及照相盒物镜）也应与照明光轴有同一水平位置，为此将狭缝放宽，打弧，取下照像盒用眼睛观察，如两个光轴不在同一水平位置，则在照像盒处看到的光源的像会偏上或偏下，甚至不能看到光源的像。总之光源的像应处于物镜中间偏右的位置。如偏右的位置不对，则须分别检查，调整轨条或反射镜的位置。调整反射镜的方法为：将保护反射镜的盖子扭开，内有三个螺钉，可用搬手调节使光源的像落于物镜中。

間偏右的地方，調整時一人于暗盒處觀察，一人扭動螺釘，調整完畢，應立即將反射鏡的保護蓋子蓋緊（注意：儀器出廠時已調好反射鏡的位置，故在一般情況下盡量避免調整，光源成像位置不對，應先仔細檢查其他原因）。

上述試驗完成后，將狹縫調整縮小到 7 微米，攝譜，將所得之譜綫與儀器中附有的標準譜片比較，鑑別譜綫是否與標準譜片同樣清晰。倘不清晰應仔細觀察出那一波段的譜綫不清楚或全片都不明晰，倘若全片都不明晰，可將攝譜儀上的小窗打開，扭松物鏡上的螺釘，前後移動物鏡的位置，每移動一次攝譜一條，注意攝譜時應將攝譜儀上的小窗关上，移動物鏡時應將照相板盒关上，然後打開小窗，移動物鏡，以免感光板漏光，移動物鏡時應記住物鏡上的刻度，待光譜片在暗室處理後觀察那一刻度所攝取的光譜最明晰或至少在譜片中間的一部份最明晰。

攝譜儀所得譜片不清楚有兩種可能：一種為譜片中間譜綫不明晰，另一種則所有波長譜綫都不明晰，但經過上述調整以後至少可以使譜片中間譜綫明晰。如譜片中間譜綫明晰而兩旁不清楚，則需要調整焦面。

在未調整前應仔細和標準譜片比較，倘若所得之譜綫色散比標準譜片的大，則應松开螺栓 20 逆時針轉動暗箱，倘比標準的小，則應順時針轉動，記住刻度 21，每移動一格攝一條譜，挑選最明晰光譜，調整暗箱至此刻度，然後拴緊螺栓 20。

四、機件維護及安全：

1. 狹縫：ИСП—22 中型攝譜儀裝有可調式的狹縫，上部有一刻度圓輪，用它讀取狹縫的寬度，刻度最小單位為 0.001 毫米（即 1 微米，常以 μ 代表），

狹縫為二金屬片組成（形狀見圖 1—3）。調節狹縫寬度時，狹縫兩邊有彈簧壓擠



圖 1—3 狹縫的截面圖

此狹縫，並備有保護裝置，可以防止狹縫刀口碰傷，但仍希望不要將狹縫刻度圓輪旋至負值，使用攝譜儀攝譜後，若發現譜片上暗