

光譜測定烟道灰中鍺的研究

中国科学院化工冶金研究所

1959 年 9 月 25 日

光譜測定烟道灰中鋇的研究

由于烟道灰中鋇的含量較低,基体成分有相当大的差异,同时又无适当的标准鋇样品和化学分析的比較。因此我們采用了加入法,进行鋇的定量工作,获得了良好的結果。

实 驗

1. 仪器和工作条件

我們使用 ИСП—22 型光谱仪进行分析工作,狭缝为 15μ , 用 ПС—39 型交流电弧作激发光源。分析高含量鋇样品时电流用 6 安培,曝光 45 秒;低含量鋇样品则用 8 安培,曝光 45 秒。用苏联 НПКФ-1 型相板进行摄譜, МФ—2 型光度計測量譜綫黑度。

2. 試样的制备

方法为先将少量水加入一定量的分析純二氧化鋇中,然后滴入 12% 氫氧化鈉溶液使之溶解,加水稀释后,用 1:1 盐酸中和。将这个溶液分成若干部分,稀释到不同浓度,然后与光谱純碳粉混合,在室温下凉干。然后用上述制得的含有不同量鋇的碳粉,与等量的烟道灰样品混合,进行分析。

3. 电极的形状

我們用上海灯塔牌光谱純碳电极,电极形状如图(一)所示。下电极孔深 7 公厘,孔径 3 公厘,壁厚 1 公厘。

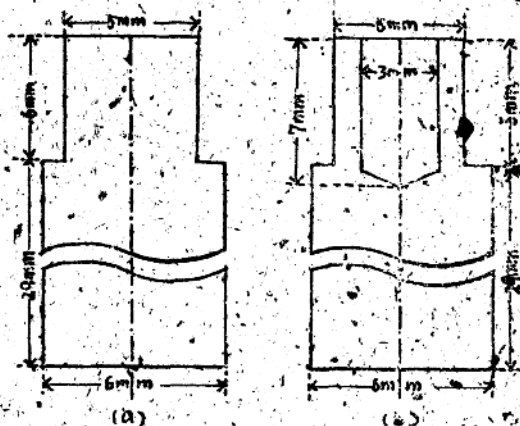
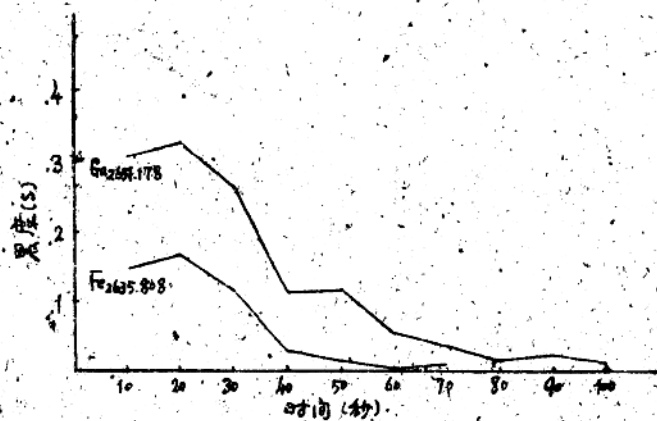


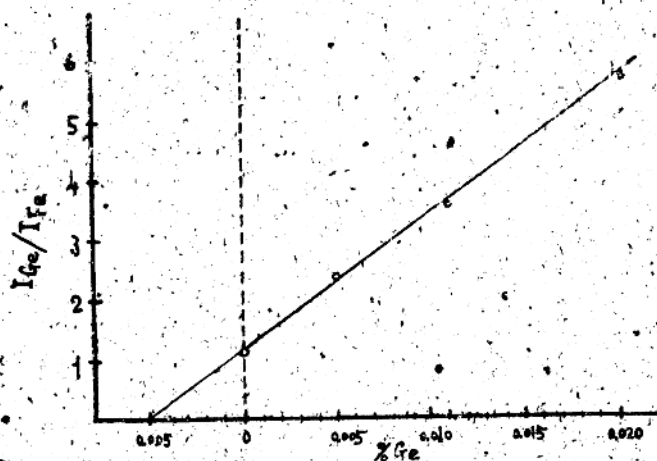
图 一

4. 内标与分析綫对

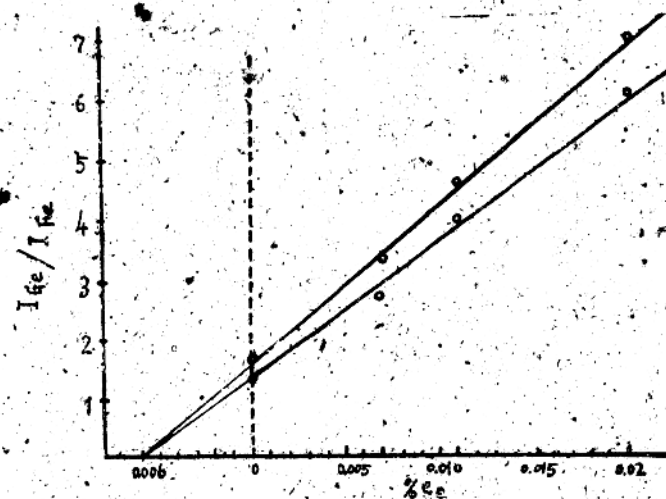
烟道灰样品中含有微量的鉄,我們采用样品中的鉄作为内标。实验指明鋇綫 2651.178 与鉄綫 2635.808 在不同的激发条件下具有同样的挥发曲线,如图(二)所示。因此我們选择它們作为分析綫对。



图二



图三



图四

5. 数据处理与结果

首先根据测得的黑度,算出分析线对的强度比值(I_{Ge}/I_{Fe})。然后用加入法,作出强度比—锗含量的图线,用外推求得锗的含量。部分结果如下(图三、四和表一)。

表一 实验结果

样 品	配 样	I_{Ge}/I_{Fe}	锗含量, %	备 注
L ₁	x	1.15	0.0050	见图三
	a	2.41		
	b	3.56		
	c	5.70		
L ₂	x	1.35	0.0060	此为两个工作者,在同一条件下 分别得到的结果,指明这个方法 的重复性。
	a	2.73		
	b	3.99		
	c	6.12		
L ₃	x	1.77	0.0060	见图四
	a	3.37		
	b	4.72		
	c	7.10		

注: L₁号加入样品中的 Ge 量: a 为 0.0050%; b 为 0.011%; c 为 0.020%。

L₂号加入样品中的 Ge 量: a 为 0.0070%; b 为 0.011% c 为 0.020%。

我们用标准锗样进行多次验证,现在只将偏差最大的结果举例如下

标准样品的锗含量%	分析结果锗含量%
0.0050	0.00508
	0.00485

同时每个样品的分析也得到很好的重复,这说明上述锗的分析方法能给予良好的结果。