

內部資料
注意保存

礦 物 岩 石 光 譜 分 析 法

湖北省地質局中心實驗室

1959.3.

目 錄

第一章 前 言

(一) 工作範圍.....	(1)
(二) 儀器設備.....	(1)
(三) 材料.....	(1)

第二章 基本操作

甲、半定量分析.....	(2)
(一) 攝譜前的預備工作.....	(2)
(二) 攝譜.....	(2)
(三) 暗室處理.....	(3)
(四) 譯譜.....	(4)
乙、定量分析.....	(4)
(一) 粉末法.....	(4)
一、稱樣.....	(4)
二、混勻.....	(4)
三、裝樣.....	(5)
四、攝譜.....	(5)
五、暗室處理.....	(5)
六、光度測量.....	(5)
七、計算.....	(5)
(二) 溶液法.....	(5)

第三章 光譜半定量分析

(一) 分析項目.....	(6)
(二) 工作條件的選擇.....	(6)
(三) 半定量分析工作條件與討論.....	(8)
Pb.....	(8)
Zn.....	(8)
Cu.....	(9)
Sn.....	(9)
Cd.....	(10)
As.....	(11)

Sb	(11)
Bi	(11)
Ag	(12)
Ga	(12)
In	(13)
Ge	(13)
Mo	(18)
W	(14)
Ni	(14)
Co	(14)
V	(15)
Cr	(15)
Ti	(15)
Ba	(16)
Mn	(16)
Ca	(16)
Mg	(17)
Al	(17)
Sr	(17)
K	(17)
Na	(17)
Li	(18)
Fe	(18)
P & P ₂ O ₅	(18)
Be	(19)
Zr	(19)
Hf	(19)
Sc	(19)
Si	(19)
B	(19)
Ta	(20)
Nb	(20)
U	(20)
Th	(21)
Ce	(21)
La	(21)
Y	(21)
Yb	(21)

Te	(21)
Tl	(22)
Hg	(22)
F	(22)
Au	(23)
Pt	(23)
Os	(23)
Ir	(23)
Pd	(23)
Rh	(24)
Ru	(24)

第四章 金屬量測量樣品分析

(一) 一般工作條件	(25)
(二) 譯譜	(27)

第五章 近似定量分析

(一) 意義	(28)
(二) 近似定量分析工作條件	(28)
(三) 分析手續	(28)
(四) 討論	(30)

第六章 天然水的半定量分析

(一) 意義	(31)
(二) 分析手續	(31)
(三) 注意事項	(31)

第七章 定量分析

(一) 錫的定量分析	(32)
(二) 鈹的定量分析	(33)
(三) 鐮鋼的定量分析	(34)
(四) 銻的定量分析	(35)
(五) 鈣、鎂、鋁、鐵、鈦的定量分析 (火花溶液法)	(37)
(六) 微量鋇的定量分析 (火花溶液法)	(39)
(七) 香花石中鋰的定量分析	(39)
(八) 銻的定量分析	(40)

第一章 前 言

(一) 工 作 範 圍

地質部門的光譜分析工作內容一般是：

1. 完成大量的金屬量測量樣品的分析任務。
2. 剔除低含量的不必要進行化學分析的樣品。
3. 為化學分析工作者提供分析試料大致含量和干擾情況的資料，使便於決定採用分析方法。

4. 用快速的方法，提供礦石共生元素特別是稀有分散元素的資源資料。
5. 對於一些化學分析操作冗長繁難的低含量元素，用光譜定量分析代替之。

由於光譜分析具有快速、成本低、靈敏度較高、取樣少、一次取樣可以同時測定几十个元素等優點，所以能基本滿足地質工作的需要，良好地完成上述任務。

(二) 儀 器 設 備

攝譜儀：NCII—22型水晶攝譜儀。

放大儀：Zeiss廠出品，SP—1，SP—2型，放大20倍。

交流弧光光源：HC—39型交流電弧發生器。

直流弧光光源：直流發電機，10瓩，250V。

火花光源：NT—2型火花發生器。

通風設備：用白鐵皮管道將裝在牆上的排氣風扇與攝譜儀電極架箱子聯接起來，設活門以調節抽風量，務使不影響弧焰穩定。

電極加工設備：2呎台式車床，電動砂輪。

(三) 材 料

相板：蘇聯光譜I型、II型、III型；民主德國Agfa微粒、Agfa紫外；蘇聯高反差幻燈片；蘇聯等正色片。

電極 國產光譜純炭棒；紫銅棒；銅棒。

化學藥品：配制標準用的分析試劑（A.R.）或化學純試劑（C.P.）配制洗相液用的化學純試劑。

第二章 基本操作

甲、半定量分析

(一) 攝譜前的預備工作

一、大批任務

接受任務通知單后，研究、選擇和決定工作條件，清點礦樣，使礦樣號碼按循序排好，每50或100樣一排，在相板袋背面寫好照相次序，開始裝樣。全分析每塊板攝50份測定，簡項分析每塊板攝100份測定，裝樣和照相時都是每5或10份成一小段，全板分成10小段，板的中央部分照標準。裝樣必須壓緊同時松緊程度要一致。排列試樣盒子號碼應填寫在乾板袋上角。在定影和沖相板時寫原始記錄。

二、小批零碎任務

接受任務通知單后，考慮和決定工作條件，將任務按礦性或採用電極孔穴規格、曝光時間、乾板類型一致等情況歸類編排。將任務單編號排好，然後按任務單次序清點礦樣裝樣。照相時遇有特殊情況，須隨時在任務單上作詳細記錄。

三、注意事項

1. 上述操作均應在預備室進行。
2. 隨時注意勿讓外來雜質沾污炭棒。

(二) 攝 譜

關好暗房一切窗門，從儀器上取下相板盒，放置於規定的乾淨桌面上，打開相板盒，關閉白光燈。從相板小箱中取出一塊相板，立即將其餘的相板包好蓋好放回小箱中，關緊。用濕手指在相板角上鑑別膠面或在暗紅燈下找反光面——玻璃面，膠面朝下放在相板盒適宜波段位置上，關緊相板盒，抽開擋光板，檢查乾板是否放緊，放下擋光板，放置儀器上進行照相。

開始攝譜前，注意做好系列的檢查工作。首先檢查相板盒是否已放好和扣緊，光欄、狹縫、遮光板、第一透鏡保護片是否合適，然後檢查綫路是否接好，檢查完畢，準備好停表、夾子、手套，打開第三透鏡前的小蓋子，抽開擋光板，開動抽風機開始照相。

在進行第一個分析試樣的照相以前，應對好上下電極的位置，使電極像剛好成在遮光板黑線上。用單手調節電極，電流強度特別是弧隙距離必須調節準確。換電極時可先換上電極（使對準原下電極），再換下電極（使對準上電極）。密切注意試樣在蒸發過程中有無噴濺滾跳現象，在攝譜過程中注意不讓電極夾和其它外來雜質沾污炭棒，注意光欄板移位置有無錯亂。隨時記錄特殊情況並盡量採取有效措施補救，複雜礦須多照鉄譜。攝譜完畢，蓋好第三透鏡，關好電門，放下擋光板，取下相板盒，轉動標尺以防止灰塵進入儀器，拿入暗室洗相。清理工作台和電極架。沾污了的保護片可從鏡框上小心取下用鹽酸（1:1）浸洗。

狹縫偏時，可用儀器附來的軟毛刷朝一個方向輕輕掃動或用軟淨香煙紙摺角朝一個方向

擦淨。如天氣驟冷，狹縫的調節彈簧失效，可用燈泡稍事加熱或放大狹縫過夜，第二天再調節。

工作台前須鋪有耐壓的橡皮地氈，攝譜用的橙子放在地氈上。操作時要集中注意力，不應談笑、看書或做其他事情。任何人問話，只能在攝完后答理。

(三) 暗室處理

光譜Ⅰ型、Ⅱ型、Ⅲ型，Agfa紫外、Agfa微粒等相板可在暗紅燈下避免直接照射下工作；等正色片Foma板須在全黑下工作。

洗相前相板應放在規定的乾淨桌上面，不能隨處亂放。

在洗相檯上將藥盆按顯影、清水、定影從左到右排列好，倒入顯影液、水和定影液。測量顯影液溫度，調節到 $18^{\circ}\text{--}20^{\circ}\text{C}$ 。熄滅白燈，從相板盒取出相板，反轉使乳劑面朝上，以較小的角度迅速插入顯影液中，按規定均勻搖盪2—5分鐘，取出放入清水中片刻，再放入定影液中，同樣搖盪以促使溴化銀的溶解，一分鐘之後才能開燈，至相板完全透明，取出用清水清洗15—20分鐘。放於相板架上，使其自然晾乾，或用吹風機吹乾（溫度不能過高以免破壞乳劑面譜線彎曲）

注意在顯影、定影時必須使膠面朝上，膠面全部被溶液所淹沒。若同一次洗相板兩塊以上，則在照完一塊後在相板角上貼上號碼，或用墨水在乳劑面寫上記號，裝在紙袋中，貯藏在相板箱中。洗相防止兩塊相板互相重疊，以致顯影不均勻。夏天注意調整定影液和清水的溫度，以免破壞乳劑面。

顯影液配方：

米吐爾	2克	無水碳酸鈉	40克
無水亞硫酸鈉	52克	溴化鉀	2克
海得路	10克	加水至	1000毫升
加水至	1000毫升		

如用有水碳酸鈉，須根據含水量換算適宜用量。

配制每一溶液時應遵守配方所示的次序加入藥品。

顯影時，將等量的A和B溶液混合即成。相板大小為 9×6 ，用60毫升顯影，相板大小為 9×12 ，用60—80毫升，相板為 9×18 ，用160毫升左右。半定量分析一份顯影液可用四次；遇天氣太熱，放置太久，顯影液變黃則不應再用。

定影液配方：

硫代硫酸鈉 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3\cdot 5\text{H}_2\text{O}$)	240克
無水亞硫酸鈉	15克
醋酸28%（8份水與3份水醋酸配成）	48毫升
硼酸結晶	7.5克
明礬 [$\text{K}_2\text{Al}_2(\text{SO}_4)_4\cdot 24\text{H}_2\text{O}$]	15克
加水至	1000毫升

天氣涼快時，也可採用下列定影配方：

水	1公升
---	-----

硫代硫酸鈉	400克
亞硫酸鈉、結晶的	50克
或無水的	25克
醋酸	8毫升

(四) 譯 譜

如在SP-1型放大儀上工作，膠面朝上，長波朝左，放在置片台上，比對試樣分析線的黑度以估計含量，注意譯譜時不能在觀察白幕上作記號。在SP-2型放大儀上工作時，則膠面可隨意朝上或朝下。

進行簡項分析，除比對試樣與標準分析線的呈現黑度估計含量外，還應注意檢查礦性的變化，元素的干擾等情況，因此採用相板一般不宜太短，其大小應包括普通大量元素的波長位置。在全部樣品某一元素譯譜完畢後，最好進行覆查一遍。

進行全分析的譯譜，更需有步驟地進行。首先可以从短波到長波溜覽一遍，用自己所掌握的靈敏綫，分子光譜，背景情況以及光譜像的面貌去鑑別大量元素，從而考慮譯譜時查對干擾工作。然後按原始記錄元素排列順序或個人習慣去進行各個元素的分析。對於有懷疑的譜綫位置，可用純藥品攝制的標準板來對證。如經常使用的分析綫有干擾，則選用其他沒有干擾的較靈敏綫，在換用分析綫前，應充份研究干擾綫的位置在該波段是否足以引起干擾。若分析元素與干擾元素蒸發情況不一樣，可借以識別。遇幾條分析綫都有干擾，可以幾條不同強度的干擾綫對幾條同強度分析綫在黑度上的不同影響，來鑑別，或者找一根不與分析元素綫重疊的同樣強度的干擾元素譜綫與重疊了的譜綫對比，如果重疊的一根比較黑，說明分析元素是存在的。

全分析的分析結果一般可用含量範圍（如1—10%）表示。每個樣品最少應有一個元素是大於10%的，如沒有則需立即查原因，若是攝譜過程中損失了樣品或是取樣太少或是譯譜誤差。由於含量高黑度變化不能識別，大量元素一般發>10%的結果。但有時亦可用加減法求出大致的具體含量。

乙、定 量 分 析

(一) 粉 末 法

一、稱 樣：

按照操作規程規定準備好稱樣用的小杯子（手工研磨時用）或小瓶子玻璃珠（機械研磨時用）等，包括洗淨，烘乾和編寫號碼，把分析試樣與杯子或瓶子按順序排好并寫好原始記錄，然後開始稱樣。稱樣量一般是0.1克，通常習慣把緩沖劑全部稱好，然後逐一稱取試樣。將試料移入瓶子時，盡量不讓試樣沾在瓶頸上，如有沾濡須用毛刷輕輕掃下去。用機械研磨時，瓶子中試樣與緩沖劑重量合共應為0.8—3克。

二、混 勻：

1. 人工研磨——很小心地將試樣與緩沖劑從杯子中移入小瑪瑙研鉢中研磨3—5分鐘，磨好後，移入已寫好號碼并按順序排列的小紙袋中。用乾淨抹布擦淨研鉢及杵後，再磨下一個。

2. 機械研磨——稱樣前把玻璃珠放進瓶子里，稱取試料後蓋好放入鉄罐中，裝在球磨機上研磨，一般磨一小時已足。把混合粉末與玻璃珠一併倒在小紙袋中，輕輕彈動紙袋，玻璃珠就滾下來與試料分離。

三、裝樣：

裝樣前將排好的試樣與原始記錄對照一遍，然後每樣裝三根電極，注意壓緊壓平，緊平程度一致。插電極紙盒號碼應按从小到大次序并登記在原始記錄左上角上。遇溶解於水的試樣和緩沖劑，不能加糖水烘乾。裝樣時要注意電極孔穴是否合規格，有無破裂等情況。

四、攝譜：

注意事項與操作手續與半定量分析同。

此外由於採用三標準試樣法，同一塊乾板上愈能多容納分析試樣愈好，因此可用黑色塑膠板或鋁片或黑紙放在原來裝標尺的框架適當波長位置上以分段曝光。所截取波長位置以及規格尺寸是否合適，必須先經過照相檢查才能用於生產。

五、暗室處理：

顯影液要用新鮮的，一般用60—80毫升已足。顯影溫度與時間必須嚴格控制。

六、光度測量：

把晾乾的譜板膠面朝上，長波靠左放在置片台上，接通電源，檢查電壓是否穩定和不低於11伏。然後調整焦距。把右上角支點上的譜板部分移到鏡子地區，從觀察幕上觀察譜綫成像是否清晰，不清晰時可調整譜片上方的透鏡，直至清晰為止。然後作縱向或橫向移動，觀察右下角或左上角譜綫像，不清晰可用調節螺絲調整置片台的上下位置，反覆作縱向或橫向移動。調整透鏡和置片台位置，使全板譜綫均成像清晰。調整好零點，開始測量。測完一個樣品的分析線對后才測量第二個樣品，以盡量減少因電源不夠穩定所引起的誤差。

七、計算：

求出 ΔS 或 ΔW 值并算出每次取樣的平均 ΔS 或 ΔW ，以 $\Delta S - \text{Log}c$ 或 $\Delta W - \text{Log}c$ 作圖，求出分析試樣含量。

(二) 溶 液 法

一、操作步驟：

1. 制備溶液。
2. 攝譜。
3. 測量計算。

詳細手續與上述粉末法同。

二、注意事項：

1. 在分析小量鈣時，要特別注意盡量避免引入雜質。
2. 在制備溶液時，必須控制好酸度，鈉鹽含量，同時注意根據試樣含量稀釋到適當體積。
3. 攝譜前在透鏡支柱上塗油包好，攝譜後擦淨，避免儀器生銹
4. 用火花發生器時，必須特別注意集中精神，人手不要碰觸電極架帶電部分，避免觸電。
5. 用特制滴管加入溶液時，必須防止溶液進入上電極，一般滴管不應與碳電極接觸。

第三章 光譜半定量分析

(一) 分析項目

在一般情況下，直接在礦石中進行的分析項目有下列元素：

Pb、Zn、Cu、Sn、Cd、As、Sb、W、Ag、P、Ga、In、Ge、Ni、Co、V、Bi、Ba、Cr、Be、Mn、Fe、Ca、Mg、Al、Ti、Sr、Zr、U、Th、Nb、Ta、Li、K、Na、Mo、Si、La、Ce、Yb、Y、Hf、Te、Sc、Tl、B、F及Hg。

Au、Ru、Rh、Pd、Os、Ty、Pt等貴金屬則在礦樣經過火法試金處理後用金屬熔球進行分析。

(二) 工作條件的選擇

一、電極孔穴

普通採用的孔穴規格有 3×5 、 3×3 、 2.5×5 、 2.5×3 等四種。做簡項分析易蒸發元素時多採用 3×5 ，因其容量較大，孔也較深，靈敏度、重現度與準確度都應該好些，而曝光時間也相當短，效率並不因而降低很多。作全分析時， 2.5×5 與 2.5×3 更用較多，因其容量雖稍小，但曝光時間却有所縮短，背景淺些，靈敏度也滿足工作要求，而效率却可以大為提高，全蒸發一個試樣的時間可以比用 3×5 和 3×3 的縮短一半。當礦樣在蒸發時採用 2.5×5 、 2.5×3 有噴跳現象時，則改用 3×3 孔穴，一般能消除之。

其他規格如 3×10 與 5×20 分析Hg、 4×6 分析Ge等，則視具體試驗情況而選擇採用。

為要利用氦帶區域中譜線，則須除氦帶，此時可用銅電極代替炭棒或用鹼金屬鹽類塞滿上電極小孔控制弧溫抑制氦光譜的發射。

為了避免汞蒸氣從炭壁中逸出造成損失，採用銅電極可得到良好效果。

又如分析極難蒸發元素鎢等，可用細頸淺孔穴。

點弧和攝譜過程中的噴跳現象，會大大降低分析的準確度和重現度，影響工作效率。目前尚未有一個萬能的方法來解決，通常所採用措施約有如下幾種：

1. 大多數樣品在點弧時即以粉末狀態從孔穴中噴出，加入一滴10%的糖水於裝好樣品的電極面上，於 105°C 烘乾可以有效地解決。當含氧化鐵高時，此法無效。

2. 在分析As、P、Hg等易蒸發元素時，加糖水低溫烘乾後，用陰極小電流激發能制止噴跳。

3. 當樣品中碳酸鹽含量較高時，除了點弧時會噴出外，在打弧10秒左右會黏結成一小顆跳出，在增大電流時特別容易產生，慢慢增加電流或延長小電流弧燒時間，能解決部分問題，另外還可以在酒精燈上灼燒一分鐘左右，使碳酸鹽分解。

4. 當試樣中鈣含量較大時，易形成黏結的一顆或在黏結前就從孔中跳出，採用 3×3 的孔穴可以很大限度地減少跳出次數。

5. 當樣品中硫化鐵含量高時，弧燒中會形成一小顆一小顆熔珠跳出直至跳完，可在酒精燈上先行灼燒趕出一部分二氧化硫，會使情況改善，採用 3×3 的較大孔徑的孔穴或增厚孔壁

也可減少噴跳現象。含鐵少的錳礦用 3×3 孔穴也比較好。可能由于穴徑大、弧柱不是全部籠罩整個孔洞，因而逸出氣體可較快向外散逸，氣體熔球頂出的現象就可減少。

6. 當樣品含氧化鋁等難蒸發元素較多時，若孔壁太薄弧燒後期電極孔穴燒平，剩下熔珠滾下，這種情況應增加壁厚，增大電流，使熔珠在孔穴燒平以前化成液體沾濡在電極上。

7. 當樣品含氧化鐵較高時，加糖水烘乾或用 3×3 孔穴都難以解決問題，在酒精燈上灼燒一分鐘，可稍減弱噴跳現象，但效果不甚佳，最好還是加入二氧化硅或炭粉1:1混合。

8. 在含鐵高的試樣中分析易蒸發易激發的元素時加入鹼金屬鹽溶液，可以減少噴跳現象。

9. 應用上述辦法仍解決不了問題時，以加緩沖劑的辦法，最普遍適用。如果加入緩沖劑降低了分析靈敏度不符合需要，則可在跳出後再拾回電極孔穴中去，但須注意不讓滾出熔珠沾染雜質。

(三)半定量分析工作條件與討論

元素名稱	不同礦種礦性的工作條件		相板類型	分析要求	一般採用的分析綫		元素討論
	礦種礦性	電極孔穴規格 孔徑×深度× 壁厚(毫米)	曝光條件		分析綫 Ao	分析範圍及譜 綫干擾(%)	
Pb	一般多金屬礦床	3×5×0.5	4A5", 8A55"	1.剔除0.001—0.3%的低含量試樣 2.劃分0.3—5%5—10%和>10%的含量供化學分析參考	2833.01	0001—0.03.用以分析更高含量時,結果期偏低,特別是含Mn時,綫形變寬,黑度變淺。0.03以上,盡量多用此綫為好,但要注意含Fe高時受弱綫的影響0.3以上,有SiO ₂ 分子光譜影響較劇,須注意選用礦性相同的標準。CaMg的背景淺更要注意。在某些樣品和Pb含量高的綫形會變糊	1.光譜半定量分析準確度和重現度一般尚好,當加入SiO ₂ 1:3為緩沖劑時,更有合定量結果。 2.用SiO ₂ 人工標準分析含Mg大試樣會偏高,分析421多金屬礦床,425黃鈹礦偏低較厲害。 3.大冶礦礦床以采用3×3孔穴為宜可大少噴跳。 4.在礦物和某些礦種如錫礦中,鉛會拖延。到後來才蒸發
	含鉄高礦石	3×3×0.7	4A5", 8A55"		2873.3		
	含鈣高硫化礦石		4A5", 8A55"		2393.8		
	硅酸鹽、簡單岩石、礦石	25×5×0.7 2.5×3×0.7	4A5", 8A35" 4A5", 8A25"				
Zn	一般多金屬礦床與含鈣高礦石	3×5×0.5 3×3×0.7	4A5", 8A35"	①剔除0.01—0.3%的低含量試樣 ②劃分0.3—10%, >10%的含量供化學分析	3345.01 3345.51 3345.91	0.01以下,有Ca1.光譜干擾時影響分析結果偏低,特別是當Ca以CaF ₂ 狀態存在有時為嚴重,有Na干擾	1.在含Ca高的試樣分析中,若仍須用3345的綫來分析,則可配製含相同Ca量的礦樣標準來分析,或找出因數校正。用人工標準分析的結果,同時曝光時間認真選擇。 2.用SiO ₂ 基物人工標準
	含鉄高、硫化礦、含鈣高但深孔穴噴跳厲害		4A5", 8A35"		3302.51 3302.91 3282.31		

准分析 421, 425 和 701 等複雜金屬礦床的 Zn 時, 分析結果偏低厲害, 甚至 5—10 倍, 故需加緩沖劑處理。

析參考

下量小時可用

Zn 硅玻璃薄單礦石 2.4×3×0.7 4A5", 8A25"

Cn 一般鉛鋅礦、岩石 2.5×5×0.7 } 8A40" 光譜 I 型

2.5×3×0.7 } 8A30"

硫化礦, 含鉄 3×3×0.7 8A40"

高礦石

剔除 0.001—0.08 的低含量試樣不作定量分析。

3274.91 0.001—0.003, 但在分別 0.01—0.03 含量時, 鉛含量偏低, 因黑度大譜綫變化已不顯著, 有時變寬。估計含量時參考寬度。用此線分析準確度好, 在 $\geq 1\%$ 的高含量時, 有時會偏高。當此綫分析結果與 3273.4 綫的結果不符時, 須以此為準。

2824.41 0.03 以上, 用此線分析準確度好, 在 $\geq 1\%$ 的高含量時, 有時會偏高。當此綫分析結果與 3273.4 綫的結果不符時, 須以此為準。

2392.61 1 左右出現
3108.61 3 左右出現
2978.31 10 左右出現

1. 前後兩條綫所得分析結果不一致經初步規定, 應以 2824.4 綫的結果為準。
2. 存在困難問題是 2824.4 在 0.03 以上時才出現, 而 3274.9 綫只適宜於分析 0.01 以下的含量。在銜接不到的地方往往產生誤差。如用加 SiO_2 作緩沖劑的辦法可以解決部分問題。
3. 由於靈敏度高, 對於炭的電極製備時沾染 C 的雜質問題應特別警惕。
4. 用 2.5×3 小孔穴, Cn 綫出現隨含量變化而變化的顯明程度似乎比大孔穴的差些另外當與難蒸發元素一起分析, 曝光時間延長, 譜綫呈現很緊很細, 不好估計含量。大治礦床試樣以採用 3×3 孔穴較好。
5. 在含有大量 Pb, Zn 等較易蒸發元素時 Cn 的蒸發時間會拖長須慎重選擇曝光時間。

1. 剔除 0.001—0.03 的低含量樣中含 0.1% Mn

Sn 2.5×5×0.7 8A 50" 光譜 II 型

1. 錫綫強度隨礦性不同而變化是很顯著的在

元素名稱	不同礦種礦性的工條件			相板類型	分析要求	一般采用的分析綫		元素討論
	礦種礦性	電極孔穴規格 孔徑×深度× 壁厚(毫米)	曝光條件			分析線 Å	分析範圍及譜 綫干擾(%)	
Sn	砂卡岩	2.5×3×0.7 3×3×0.7	8 A 40" 4A5"10A55"	光譜 I 型	試驗不作定量分析。 2.划分光譜, 定量分析範圍試樣 0.003--0.3	2812.6 3034.11	時就會產生干擾。 0.001以上, Cr大於0.0x%時有	1. PbS, ZnS, 中強度最大, 在CaCO ₃ 中最低因此用人工標準分析砂卡岩Sn會偏低腐害。 2. 砂卡岩和砂化岩中Sn的偏低程度不同。所以礦樣標準來分析這種變質岩也難得滿意結果。目前只有加入緩沖劑處理辦法所得效果最好。 3. 分析時宜採用礦樣標。 4. 詳細情況可參閱本室辦法檢驗報告一卷二期。
Cd	有色金屬礦、岩石	3×5×0.5 2.5×5×0.5 3×3×0.7 2.5×3×0.7	4A5, "8A35" 4A5, "8A30" 4A5, "8A435" 4A5, "8A25"	光譜 II 型 Agfa 紫外 光譜 III 型 (用於短波)		3261.061 2836.91 2329.311	0.003以上, 0.3以上 1以上	1. Cd常與Zn共生, Zn存在大量時, 使Cd綫強度顯著提高, 引起分析結果偏高。必須採用性質相同礦樣標準或找出人工標準的校正因素。 2. 連南礦床含Zn高Cd用人工標準分析偏高3—10倍。 3. 陰極分析可以提高分析靈敏度, 但重現度與準確度尚準缺充足數據。

AS	有色金屬礦 鐵礦	3×5×0.5	陰極 6AA0或6A60	光譜III型	①劃分0.01—0.1以上的含量範圍供化學分析參考 ②提供大致含量參考配料	2349.81 2860.51	0.01—0.1含量大，0.1黑度變化不明顯，引起結果偏低。 0.1以上	1. 用陰極處理以人工標準分析所得結果一般良好，有時分析靈敏度可達0.003%，狹縫放電寬為9—12u。 2. 要注意曝光時間採用是否適合。 3. 用陽極處理所得結果偏低嚴重，不能採用。
Sb	含Sb量很低 Fe含量高，噴跳厲害	3×5×0.5 2.5×5×0.7 2.5×3×0.7 3×5×0.5 3×3×0.7	4A5" 8A35" 4A5" 8A31" 4A5 8A25 陰極 4A5" 8A35" 4A5" 8A35"	光譜II型Agt 紫外		2598.061 2877.91 26882.7 2692.3 2383.6	0.01以上，SiO ₂ 分子光譜多時不好看，0.01以上，靈敏度比2598稍差些。 0.3時出現 1左右出現 1以上可用，要注意Co干擾	1. 大量的鉛會使錫線增強，必須注意採用標準以及分析結果會否偏差。 2. 錫在SiO ₂ 人工標準中出現黑度較大，在砂卡岩、425黃鉄礦、421多金屬礦等礦床的試樣中，以及金屬的測量標準中靈敏度較低，0.01%一般不出現。 3. 陰極處理靈敏度可提高到0.003%，分析標準過德縣縣隊的試樣，準確度重現度尚好。
Bi		3×5×0.5 2.5×5×0.5 2.5×3×0.7	4A5" 8A25" 4A5" 8A25" 4A5" 8A20"	光譜II型Agt 紫外		3067.71 2897.91	0.001—0.01 0.01以上	1. 含量較高，兩條線所得結果不符，初步鑑定，是3067.7線的結果偏低，應以2897.9的為準。 2. 分析低含量時，曝光時間要短，否則背景帶黑鉄干擾大，分析靈敏度降低。 3. 用2.5×3孔穴有時靈敏度只達0.003%。

元素名稱	不同礦種礦性的工作條件			相板	分析要求	一般採用的分析綫		元素討論
	礦種	礦性	電極孔穴規格 孔徑×深度× 壁厚(毫米)	曝光條件	類型	分析綫 Ao	分析範圍及譜 綫干擾(%)	
Ag	一般礦性不熟悉的 各種礦種	已有試驗的樣數	3×5×0.5	4A5 8A85"	光譜I型	剔除0.001%或 0.0005%以下的 低含量試樣不做 試金分析	338.9I 0.0003以上, 注1. 意與把旁邊Fe 線誤認為Ag線。	1. Pb含量高時Ag譜線 強度增強Fe含量 高時, 強度減低。 2. 當感光乳膠較靈敏或 試樣中Ag含量變化不 顯著, 使估計含量產 生較大偏差, 故必須 注意選擇適當工作條 件。 3. 對於試樣中Ag與標 準的蒸發情況, 必須 予以足夠的注意。 4. 對於新礦區或缺乏合 適的礦樣標準的處理, 試樣宜加緩沖劑比例可 視含量的量減低為 1:2。
			2.5×3×0.7	4A5" 8A45"	光譜I型	3280.7I 2437.8II 0.0003以上, 有 Fe. Cu. Mn干擾 1以上		
Ga			2.5×5×0.7	4A5, "8A85"	光譜I型	剔除0.0010%以 下2943.6I	0.0005——001, 當Ni含量最高時 注不要說誤認為 Ga線	1. Ga在SiO ₂ 基物入工 標準中譜線強度最 低, 在含有大量Pb. Zn.Sb.Bi.Na試樣 中譜線強度顯著地 提高因此分析時必 須選用適合的標準試 樣或預先作好校正因 數。 2. 欲需更滿意結果, 可 加緩沖劑處理。
			2.5×3×0.7	4A5, "8A55"		下的低含量試樣 2944.2I 2500.2I 2500.7I	0.01以上 0.03左右出現 0.3以上	

In	3 × 5 × 0.5	4A5, " 8A35"	光譜 II 型		3039.4 I	0.001 以上有 Fe I 線重疊線短波有 Ge 線	1. In 在 SiO ₂ 基物中標準中靈敏度最低, 而在含大量 Pb、Zn、Sb, 因含有色金屬試樣中強度顯著提高。 2. 當礦樣中含 Fe 較高時, 須很好地利用分離或加入緩沖劑抑制 Fe 的蒸發。為了從分析結果中識別 In, 有時需作試樣攝譜兩條 (拉光蘭)。
	2.5 × 5 × 0.7	4A5, " 8A25"	Agfa 紫外		2932.6 I	0.03 以上	
					2601.8 I	1 以上	
Ge	3 × 5 × 0.05	4A5, " 8A45"	光譜 I 型		2651.2 I	0.0005 以上有 Fe 線與 Pb 帶干擾	1. 在 SiO ₂ 基物中標準中靈敏度最低, 在含有大量 Pb、Zn、Sb 等有色金屬試樣中靈敏度顯著提高, 故宜採用礦樣標準。在煤灰中 Ge 線強度也較低, 注意產生偏低。 2. 在煤灰中一般採用 2651 譜線, 在 Pb、Zn 礦中可根據 Pb、In 含量情況也選用合適的分析線。 3. 由於原煤在打弧時揮發過快, 影響分析靈敏度, 一般宜燒灰後分析。
	25 × 5 × 0.7	4A5, " 8A35"	Agfa 紫外		3039.1 I	0.0005 以上注意勿把 InFe 誤為 Ge 線	
					2589.2 I	0.3 以上	
Mo	3 × 3 × 0.7	4A5, " 15A 打亮 (一條或分條)	光譜 I 型		3170.4 I	0.0005 以上有 Fe 線重疊	1. 譯譜時可以對其旁邊 Fe 線以識別 Fe 的干擾程度。 2. 目前大冶礦床的分析準確度尚存在問題, 須進一步試驗解決。 3. 常用 3 × 3 孔穴分析含 Fe 較高樣品時, 以拉兩條一段曝光為宜。
	2.5 × 3 × 0.7	4A5, " 15A 打亮			3132.6 I		
					2903.1 I	0.3 以上	